



THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par : *l'Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)*

Présentée et soutenue le 21/09/2018 par :

CÉCILE FUINEL

**Étude des potentialités de la transduction diélectrique de
haute permittivité pour les résonateurs NEMS et MEMS**

JURY

LIONEL BUCHAILLOT	Directeur de Recherche	Président du Jury
ISABELLE DUFOUR	Professeur des Universités	Rapporteuse
PHILIPPE BASSET	Professeur Associé	Rapporteur
OLIVIER THOMAS	Professeur des Universités	Examineur
CHRISTIAN BERGAUD	Directeur de Recherche	Invité
BERNARD LEGRAND	Directeur de Recherche	Directeur de thèse

École doctorale et spécialité :

GEET : Micro et Nanosystèmes

Unité de Recherche :

Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (CNRS, UPR-8001)

Directeur de Thèse :

Bernard LEGRAND

Rapporteurs :

Isabelle DUFOUR et Philippe BASSET

Je voudrais remercier toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ces travaux.

Tout d'abord mon encadrant, Bernard Legrand, merci d'avoir été aussi disponible et patient, merci pour la confiance que tu m'as accordée ainsi que pour tes encouragements.

Merci aux membres du Jury, Isabelle Dufour, Phillipe Basset, Lionel Buchaillot, Olivier Thomas, et Christian Bergaud d'avoir accepté d'évaluer ces travaux. Merci en particulier à Olivier de m'avoir aidée à mieux appréhender la modélisation analytique, et à Christian d'avoir suivi de près mon avancement. Merci pour ton aide dans la dernière ligne (pas si) droite.

Merci à tous les membres de l'équipe NanoBioSystèmes, devenue équipes MEMS et ELiA de m'avoir accueillie, merci en particulier à Denis Dezest et Adhitya Baswara pour le passage de témoin.

Merci à tous ceux qui ont contribué à la fabrication des dispositifs, Emmanuel Sheid pour les dépôts ALD faits au LAAS, Isabelle Roch pour les étapes réalisées à l'IEMN de Lille, Adrian Laborde, Laurent Mazenq, Aurélie Lecestre, Laurent Jalabert, Benjamin Reig, et tous les membres de l'équipe TEAM du LAAS de m'avoir accompagnée tout au long de la fabrication.

Merci Fabrice Mathieu pour ta disponibilité, ton savoir faire, et toutes ces heures passées ensemble à la recherche de ce petit pic de résonance.

Merci à ma famille, mes parents, Anne, Christophe, Frédéric, Raphaël, Lucie, à tous les colocataires qui se sont succédés avenue Jean Rieux, Marylou, Elisa, Sylvie, Lucas, Mathilde, Marion, Florian, et Masakazu, à mes amis, Maxime(s), Louis, Rémi, Loraine, Marion, Alice, Laurence, Marta, Marwa, Hélène, Mickaël, à Reynier, et aux copines de la chorale pour m'avoir soutenue et apporté autant de plaisir au quotidien.

Merci enfin à tous ceux qui ont rendu mon séjour au Laas aussi agréable et inoubliable : Ali, mon super co-bureau, Matthieu, mon partenaire de tours de pâtés, Lucie, pour les micro-excursions en monocycle, Adrian, pour ta cuisine légendaire. Merci aussi à vous deux, ainsi qu'à Roberto et Marianne pour votre accueil ces derniers jours. Merci Dolores, pour tes petits cours d'espagnol, Xavier, pour ce projet musical luxueux, Kayum d'avoir partagé avec moi cette folle journée, Aarushee pour ta folie et ta bonne humeur. Merci Ahmet, Gabriel, Alik, Aiva, Ellon, Pierre, Aurore, Emma, Pierre-François, Julie, Sabrina, Aude, Pierrick, Nicolas, Stanislas, Douglas, Lucien, Mia, Kata, Vincent et tous ceux que je n'ai pas pu citer, pour tous ces moments passés ensemble au quotidien, les petits weekends, comme les grands voyages.

Sommaire

Introduction générale	1
1 Contexte : Bio-MEMS et transduction diélectrique	3
1.1 Les Micro-Systèmes Electro-Mécaniques	4
1.2 Les biocapteurs	4
1.3 Structure et principe de fonctionnement des capteurs MEMS pour la biologie	7
1.4 Cadre de la thèse	21
Bibliographie	23
2 Modélisation d'une poutre en transduction diélectrique	29
2.1 Description du système	30
2.2 Etude de l'actionnement	31
2.3 Etude de la détection	42
2.4 Efficacité de transduction	43
2.5 Remarques sur l'utilisation d'un modèle FEM	44
3 Conception, procédé de fabrication, caractérisation	45
3.1 Conception des dispositifs	46

3.2	Procédé de fabrication	51
3.3	Caractérisation du procédé et des structures	58
	Bibliographie	66
4	Étude expérimentale de la transduction diélectrique	69
4.1	Actionnement	70
4.2	Actionnement et détection simultanés	81
4.3	Vers une application capteur	87
4.4	Une perspective de mesure : la technique de mixage de fréquences	90
	Bibliographie	93
	Conclusion et perspectives	95
	Bibliographie	97

Introduction générale

Les MicroSystèmes ÉlectroMécaniques (MEMS), apparus à partir des années 60, ont rapidement été intégrés aux produits électroniques, et sont maintenant très largement répandus aussi bien dans des produits commerciaux grand public que dans des systèmes dédiés à des applications plus spécifiques. Parallèlement au développement d'actionneurs et de capteurs physiques MEMS, une dynamique de recherche a aussi émergé à propos de l'adaptation des technologies MEMS à la détection chimique en vue notamment d'application en bio-chimie. Les technologies MEMS ont suivi le processus de réduction des tailles commun à l'ensemble du secteur de la microélectronique jusqu'à atteindre des dimensions nanométriques (NEMS), et la limite de détection de ces dispositifs utilisés comme capteurs gravimétriques atteint maintenant la masse d'une molécule unique, voire d'un seul proton pour les plus ultimes. Aux échelles des NanoSystèmes ElectroMécaniques, l'un des principaux défis à relever concerne l'intégration au dispositif des moyens de transduction électromécanique, c'est-à-dire l'actionnement et la détection électriques du mouvement mécanique. La transduction diélectrique, a été mise en œuvre pour la première fois dans des dispositifs vibrant en flexion dans un contexte macroscopique en 1989 (Bouwstra *et al.*), et réutilisée pour l'actionnement et la détection de structures micrométriques vibrant en mode extensionnel au cours des années 2000 (Weinstein *et al.*).

Ces travaux de thèse ont pour objectif principal d'étudier la faisabilité de l'intégration d'un moyen de transduction diélectrique dans des structures MEMS vibrantes, avec dans un premier temps la réalisation à l'échelle micrométrique de dispositifs actionnés à l'aide d'une couche mince diélectrique, dans un second temps la mise en place d'une détection électrique simultanée à l'actionnement, et enfin la recherche d'améliorations des performances des dispositifs, notamment à travers la comparaison de structures incorporant trois matériaux diélectriques différents.

Le premier chapitre introduit brièvement les principes de l'adaptation des technologies MEMS à la détection d'analytes d'intérêt pour la biologie ou la biochimie. Il décrit en particulier le fonctionnement des capteurs gravimétriques et les moyens de transduction les plus courants ainsi que la transduction diélectrique.

Le deuxième chapitre est consacré à une description théorique de la transduction diélectrique et de la vibration en flexion d'un levier encastré-libre. Deux approches sont comparées : un modèle analytique, et un modèle par éléments finis.

Le troisième chapitre présente l'intégration de couches minces diélectriques à des résonateurs MEMS en fabrication collective. Il décrit les étapes du procédé technologique ainsi que des caractérisations électriques et mécaniques effectuées sur les structures pour évaluer leurs caractéristiques et leur intégrité.

Le quatrième et dernier chapitre est dédié aux résultats obtenus, dans un premier temps lors de l'actionnement diélectrique associé à une détection optique de la vibration de poutres encastrées-libres, et dans un deuxième temps, lors de l'actionnement diélectrique et la détection électrique simultanés de la résonance des cantilevers.

Chapitre 1

Contexte : Bio-MEMS et transduction diélectrique

L'étude de la transduction diélectrique s'inscrit dans le cadre plus large d'un axe de recherche du laboratoire à l'intersection de la micro-électronique et de la biologie : l'application des technologies MEMS à la détection biochimique. La réduction des dimensions des capteurs, motivée par l'augmentation de leurs performances, pousse à explorer la possibilité d'utiliser d'autres moyens de transduction.

Sommaire

1.1	Les Micro-Systèmes Electro-Mécaniques	4
1.2	Les biocapteurs	4
1.2.1	La mesure en biologie : problématiques et enjeux .	4
1.2.2	Le développement des capteurs biochimiques	5
1.3	Structure et principe de fonctionnement des capteurs MEMS pour la biologie	7
1.3.1	Modes de fonctionnement	7
1.3.2	Différents moyens de transduction électromécaniques	11
1.3.3	Fonctionnalisation bio-chimique	18
1.4	Cadre de la thèse	21
	Bibliographie	23

1.1 Les Micro-Systèmes Electro-Mécaniques

Les micro-systèmes électro-mécaniques (MEMS) ont pu émerger dans le sillage des circuits intégrés en silicium à partir des années 60. En effet, les nouvelles technologies de structuration associées à leur fabrication collective (photolithographie, gravure chimique, gravure ionique réactive, dépôts de matériaux en couches, oxydation, implantation ionique) ont permis de créer des composants de tailles micrométriques (transistors, diodes, *etc.*). Et alors que l'intégration de nouvelles fonctions au sein de ces circuits devenait toujours plus importante, elle a amené à la conception de nouveaux composants faisant intervenir dans leur fonctionnement, non seulement de l'électronique, mais aussi de l'optique (leds, photovoltaïque) ou encore de la mécanique avec la fabrication d'éléments mobiles : les micro-systèmes électro-mécaniques.

Le capteur de pression et le transistor à grille résonante, respectivement conçus à la fin des années 50 [1] et en 1967 [2] en sont les premiers exemples, et les recherches dans ce domaine ont donné naissance, à partir des années 80, à une variété de composants largement commercialisés : des actionneurs (matrices de miroirs, pinces, vannes fluidiques, têtes jet d'encre, *etc.*), des composants pour le traitement de l'information (filtres, commutateurs RF, *etc.*), et des capteurs physiques (accéléromètres, gyroscopes, capteurs de pression, microphones, *etc.*) [3].

Actuellement, la diversification des composants MEMS et de leurs applications continue à un rythme soutenu. Les composants récupérateurs d'énergie [4], oscillateurs de base de temps [5] ou micro-projecteurs pour la télédétection par laser [6] sont quelques exemples témoins de ce dynamisme. En outre, les recherches visant des applications dans le domaine de la chimie (détection de gaz dangereux [7], suivi environnemental [8], *etc.*) et de la bio-détection (suivi de croissance de colonies fongiques [9], détection de pathogènes [10], diagnostics médicaux [11], *etc.*) se multiplient [12, 13].

1.2 Les biocapteurs

1.2.1 La mesure en biologie : problématiques et enjeux

Les craintes et problématiques actuelles de sécurité alimentaire, de pollution des sols et de l'eau, de menaces d'attaques chimiques ou bactériologiques,

et d'augmentation du diabète et des maladies cardiovasculaires amènent mécaniquement à une augmentation de la demande de moyens de mesure biologiques à la fois rapides, peu chers, portables, et robustes. Dans le domaine médical, ceux-ci permettraient notamment d'améliorer la prise en charge des patients avec des tests dits "point of care", c'est-à-dire des tests diagnostics médicaux rapides réalisés au plus près du patient.

Historiquement, les mesures biologiques se faisaient et se font encore majoritairement en laboratoire à l'aide d'outils coûteux (spectrométrie, spectroscopie de masse). Le prélèvement des échantillons, leur transport jusqu'au laboratoire, et leur préparation (concentration, marquage), en plus d'être chronophages, nécessitent de bonnes conditions de conservation pour éviter la contamination ou la dégradation des analytes.

Dans ces conditions, les méthodes alternatives comme les bio-essais et les bio-capteurs paraissent être des bons moyens de s'affranchir de ces limitations pour répondre à la demande toujours plus grande d'outils de biodétection. Les bio-essais les plus couramment utilisées dans des contextes de mesures hors laboratoire, sont les tests de dosage du glucose sanguin, et les tests d'immuno-chromatographie comme les tests de grossesse ou les tests de diagnostic rapides d'infections parasitaires, virales, ou bactériennes. Ils présentent les avantages d'être peu coûteux, rapides, portables, mais donnent le plus souvent des résultats d'ordre qualitatifs, ou semi-quantitatifs. Le secteur des bio-capteurs est pour l'instant en plein développement. Leur potentiel réside dans la possibilité de réaliser des mesures rapides et peu coûteuses, mais aussi de réaliser de manière autonome un suivi quantitatif en temps réel et à distance, intégrant ainsi l'économie de l'internet des objets.

1.2.2 Le développement des capteurs biochimiques

Un capteur biochimique est un système qui exploite une réaction ou une reconnaissance biochimique pour détecter la présence d'une molécule dite cible, et traduire cette information en signal exploitable. Il rassemble donc plusieurs fonctions (*cf.* figure 1.1) :

- l'interaction avec l'espèce cible, c'est-à-dire la reconnaissance biologique ;
- la transduction, c'est-à-dire la traduction de cette information chimique en signal exploitable, généralement électrique, mais aussi parfois optique ;

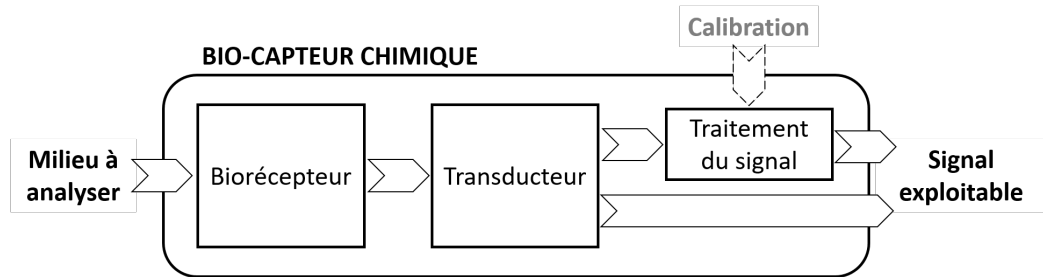


FIGURE 1.1 – Schéma de principe d'un bio-capteur.

— éventuellement une étape de traitement du signal.

Les capteurs biochimiques se différencient des bio-essais par l'immobilisation de l'élément de reconnaissance sur le transducteur.

La transduction se fait en exploitant les propriétés de la cible ou du produit de l'interaction avec le capteur. Il existe des transductions fondées sur les changements de propriétés électriques du capteur lors de la réaction (changement de conductivité, variation de charge, effet de champs, *etc.*) [14], mais aussi des transductions optiques [15], ou mécaniques. Ainsi, un micro-système mécanique exploite le changement de sa masse, sa raideur, ou des contraintes mécaniques qui s'exercent sur lui lors de l'adsorption de molécules cibles à sa surface.

Les espèces biologiques ou chimiques cibles, peuvent être de nature variées (ions, virus, protéines...) et sous différentes phases (liquides, gaz, tissus...), ce qui impose des fortes contraintes sur les choix technologiques lors de la conception de capteurs, donc des développements toujours spécifiques à l'application visée.

En plus des contraintes imposées par les espèces chimiques à analyser, la qualité des capteurs est jugée suivant les mêmes critères méthodologiques que les capteurs physiques : sélectivité, sensibilité, stabilité, fiabilité, rapidité, précision, résolution, dynamique. La sélectivité, qui n'est généralement pas un problème pour les capteurs physiques, devient critique pour les capteurs chimiques. En effet dans des milieux complexes, comportant de nombreuses molécules différentes, les réactions non désirées sont probables et peuvent être sources de résultats erronés (faux positifs ou faux négatifs).

1.3 Structure et principe de fonctionnement des capteurs MEMS pour la biologie

Les bio-MEMS sont des capteurs biochimiques qui exploitent les caractéristiques mécaniques des MEMS pour traduire l'information biochimique en information mécanique, elle même convertie en signal exploitable, généralement de nature électrique. Le plus souvent, ils sont utilisés en tant que capteurs de masse ajoutée lors de l'interaction avec la cible. Ils sont constitués :

- d'une structure mécanique fine (épaisseur \ll autres dimensions) : une poutre ou une membrane, suspendue par une ou plusieurs de ses extrémités, ceci de sorte qu'il suffise d'une force relativement peu importante pour la déformer ;
- d'un moyen de transduction électro-mécanique, pour convertir les informations liées à la déformation de la structure en signal électrique ;
- d'une fonctionnalisation chimique à sa surface pour la reconnaissance de l'espèce cible.

1.3.1 Modes de fonctionnement

La structure mécanique d'un MEMS peut être utilisée selon deux modes de fonctionnement :

- un mode statique qui exploite l'application de contraintes à la surface du levier, et dans lequel on récupère un signal directement lié à sa déformation ;
- un mode dynamique, dans lequel on fait vibrer la structure. Les changements de propriétés mécaniques (raideur et/ou masse) de la poutre sont alors traduits par un changement de sa fréquence de résonance, et éventuellement de la dissipation d'énergie avec une modification du facteur de qualité.

Mode statique

Les MEMS utilisés en mode de fonctionnement statique sont composés d'une structure mécanique ayant une couche sensible sur une de ses surfaces tandis que la face opposée est inerte. Lors de la réaction avec l'espèce cible, les contraintes au niveau de la couche sensible sont modifiées, et créent un

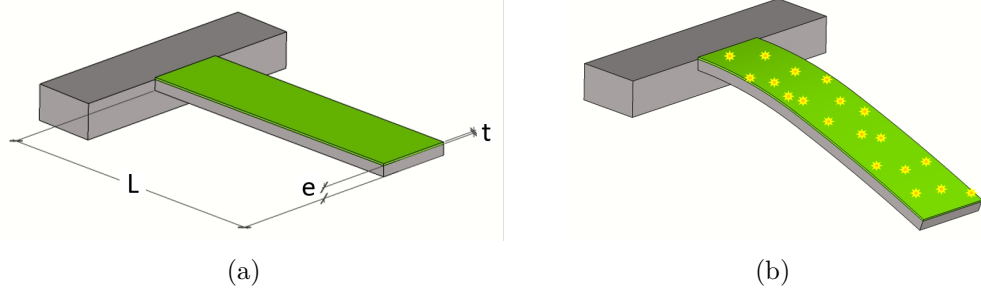


FIGURE 1.2 – Mode statique : levier dont la surface est fonctionnalisée, (a) avant et (b) après interaction avec les molécules cibles.

gradient de contrainte dans l'épaisseur de la structure, en partie relaxé par la déformation de celle-ci. Pour une poutre encastrée-libre de longueur L , d'épaisseur e , et couverte d'une couche sensible d'épaisseur t , l'amplitude A de déformation à l'extrémité de la poutre, est alors reliée à la variation de contrainte dans la couche $\Delta\sigma$ par l'équation de Stoney [16] :

$$A = -\frac{3(t+e)L^2}{t^2 D \tilde{E}_C} \Delta\sigma \quad (1.1)$$

où $\tilde{E}_C = E_C/(1 - \nu_C)$ est le module biaxial de la couche sensible, avec E_C son module de Young, et ν_C son coefficient de Poisson. \tilde{E} est son équivalent pour le matériau de la poutre, et

$$D = 4 + 6\frac{e}{t} + 4\left(\frac{e}{t}\right)^2 + \frac{\tilde{E}}{\tilde{E}_C} \left(\frac{e}{t}\right)^3 + \frac{\tilde{E}_C}{\tilde{E}} \frac{t}{e}$$

Cette déflexion est couramment mesurée de manière optique [17], capacitive ou piézorésistive [18, 19]. Mais les faibles valeurs de déflexion, les difficultés de calibrage de la mesure, et l'importance du bruit de mesure en statique découragent l'utilisation de cette méthode, au profit du mode de fonctionnement dynamique.

Mode dynamique

Le mode de fonctionnement dynamique des MEMS se rapproche de celui des microbalances à quartz, qui exploitent les variations de fréquence de résonance du matériau massif lors d'un dépôt de matière à leur surface. Le lien entre la masse ajoutée et le changement de fréquence de résonance d'un

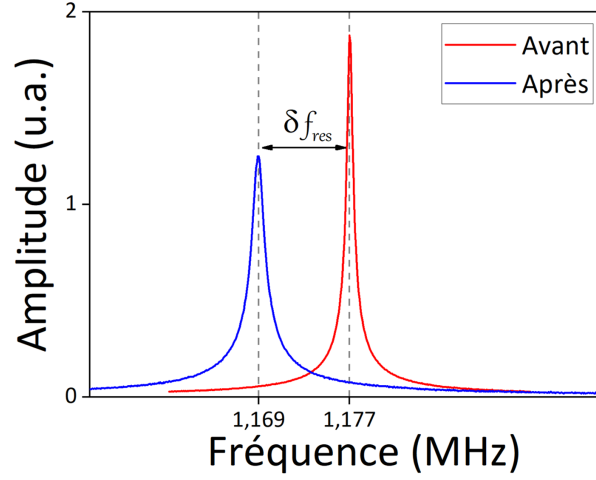


FIGURE 1.3 – Mode dynamique : réponse en fréquence de l’amplitude de la vibration d’un levier au voisinage de sa résonance avant et après interaction avec les molécules cibles, c’est-à-dire ajout de masse.

cristal de quartz a été mis en évidence en 1959 [20]. Dans le cas des MEMS vibrants, mesurer l’amplitude du mouvement lors du balayage en fréquence de l’excitation du cantilever permet de faire apparaître un pic de résonance. La fréquence au maximum du pic dépend de la masse et de la raideur de la structure. L’ajout de molécules cibles à la surface de cette dernière entraîne donc un décalage en fréquence du pic, comme illustré sur la figure 1.3. Les premières utilisations de cantilevers vibrants pour la détection de masse remontent aux années 80 [21].

En plus du décalage en fréquence, il peut aussi y avoir une modification de la dissipation, c’est-à-dire du rapport entre l’énergie dissipée pendant un cycle d’oscillation et l’énergie totale emmagasinée, lorsque le résonateur est excité harmoniquement à sa fréquence de résonance. Pour tenir compte de la dissipation dans les modèles, on utilise généralement le facteur de qualité Q , défini comme l’inverse de la dissipation :

$$Q = 2\pi \frac{\text{Énergie emmagasinée}}{\text{Énergie dissipée}} \quad (1.2)$$

Expérimentalement, on l’estime en mesurant la largeur Δf à mi-hauteur (-3 dB) du pic de résonance en puissance :

$$Q = \frac{f_{res}}{\Delta f} \quad (1.3)$$

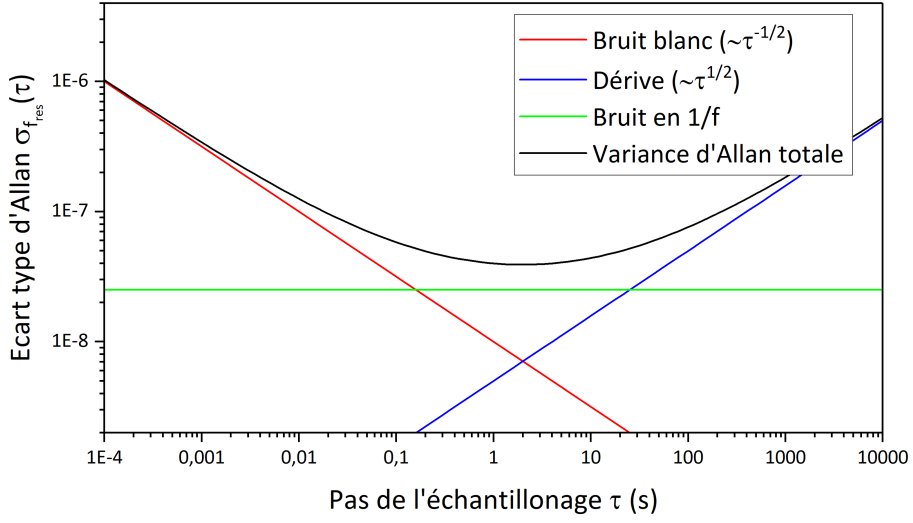


FIGURE 1.4 – Écart type typique de la variance d'Allan de la fréquence de résonance en fonction du temps d'intégration.

La fréquence de résonance de la poutre, f_{res} , calculée au paragraphe 2.2, s'exprime en fonction de sa masse effective M_{eff} (dépendante du mode de vibration) de la façon suivante :

$$f_{res} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K_{eff}}{M_{eff}}} \quad (1.4)$$

avec K_{eff} la raideur effective du cantilever. Donc au premier mode de résonance en flexion, avec un dépôt uniforme sur la surface et pour des petites variations de masse, en notant M_0 la masse du cantilever, la sensibilité \mathcal{S} du capteur, peut s'écrire :

$$\mathcal{S} = \frac{\delta f_{res}}{\delta M_0} = \frac{1}{4} \frac{\delta f_{res}}{\delta M_{eff}} \approx -\frac{f_{res}}{8M_{eff}} \quad (1.5)$$

Plus généralement, la relation entre variation de masse effective et masse ajoutée, dépend du type de dépôt (ponctuel ou uniforme sur la surface). Pour localiser et déterminer la masse ajoutée, on peut suivre le décalage en fréquence de plusieurs modes de résonance [22, 23].

On peut avoir accès à la résolution \mathcal{R} du capteur, c'est-à-dire la plus petite variation de masse mesurable, par un calcul de variance d'Allan de la fréquence de résonance, comme présenté sur la figure 1.4. La variance d'Allan de la fréquence de résonance représente sa fluctuation durant le temps

1.3. Structure et principe de fonctionnement des capteurs MEMS pour la biologie

d'intégration de la mesure. Pour N mesures successives de la fréquence, notées f_{res_i} , effectuées à des intervalles de temps τ , elle s'écrit :

$$\sigma_{f_{res}}(\tau) = \sqrt{\frac{1}{2(N-1)} \sum_{i=1}^{N-1} (f_{res_{i+1}} - f_{res_i})^2} \quad (1.6)$$

$3\sigma_{f_{res}}(\tau)$ est alors la plus petite variation de fréquence détectable entre deux mesures de durée τ , séparées par un intervalle de temps τ avec une probabilité d'erreur inférieure à 0.4%. La variation de masse correspondant à la résolution de mesure en masse est donc :

$$\mathcal{R} = \frac{3\sigma_{f_{res}}(\tau)}{|\mathcal{S}|} = \frac{24M_{eff}\sigma_{f_{res}}(\tau)}{f_{res}} \quad (1.7)$$

Dans le régime limité par le bruit blanc ajouté, cette valeur peut aussi être estimée en fonction de la sensibilité, du facteur de qualité Q de la vibration, et du rapport signal sur bruit SNR de la mesure [24] :

$$\mathcal{R} = \frac{1}{|\mathcal{S}|} \frac{\sqrt{2}}{\pi Q} \frac{1}{SNR} \quad (1.8)$$

Réduire les dimensions du levier conduit à augmenter sa fréquence de résonance, tout en diminuant la masse. On peut donc déduire des expressions (1.5) et (1.7) que les réductions de tailles des MEMS vers les NEMS permettraient d'améliorer sensibilité et résolution de ce type de capteur à condition de maintenir le rapport signal sur bruit. En revanche, la probabilité d'interaction entre la molécule cible et le capteur diminue avec la réduction de la surface de réaction. Le temps de réponse augmente donc d'autant. Il y a alors un compromis à trouver entre ces dépendances antagonistes pour optimiser les performances du capteur en fonction de l'application.

1.3.2 Différents moyens de transduction électromécaniques

Les systèmes de détection de masse portent une information mécanique qui dans la plupart des cas, pour être exploitable, doit être convertie en un signal électrique. Dans le cas du mode de fonctionnement dynamique des MEMS, la réciproque est aussi nécessaire : il faut pouvoir convertir de l'énergie électrique en énergie mécanique pour assurer l'actionnement des structures et leur mise en vibration. Il existe une grande variété de techniques de

transduction électromécanique, exploitant diverses propriétés physiques des matériaux, comme par exemple les transductions piézoélectrique, piézorésistive, thermo-élastique [25], magnétostatique [26], capacitive, ou flexoélectrique [27]. La transduction optomécanique, même si elle n'est pas un mode de transduction électromécanique direct connaît un développement important ces dernières années, elle est utilisée en association avec une transduction opto-électrique, grâce à une photodiode [28].

Ces différents moyens de transduction peuvent être classés suivant plusieurs critères, en particulier l'intégrabilité du moyen de transduction sur la structure, et la réciprocité de la méthode, c'est-à-dire la possibilité ou non de l'utiliser à la fois comme moyen d'actionnement et de détection. Les méthodes de transduction sont aussi comparées en fonction de leurs efficacités : le rapport entre la force générée et la tension appliquée (en newton par volt) pour l'actionnement, ou celui entre la charge électrique générée et le déplacement (en coulomb par mètre) pour la détection.

On présentera ici les principes de fonctionnement des moyens de transduction les plus courants, à savoir les transductions piézoélectrique, piezorésistive, et électrostatique, ainsi que la transduction diélectrique, à laquelle est consacrée cette thèse.

Détection piézorésistive

Au sein des cristaux conducteurs, ou semi-conducteurs, les déformations de la maille cristalline engendrent des modifications des bandes d'énergie, et donc de la conductivité. Le couplage entre contraintes appliquées au cristal σ et variations relatives de résistivité $1/\rho_0 \cdot \Delta\rho$ a été décrit par le tenseur de piézorésistivité Π en 1954 [29] :

$$\frac{1}{\rho_0} \cdot \Delta\rho = \Pi\sigma \quad (1.9)$$

ρ_0 est la résistivité du matériau, supposée isotrope, lorsque aucune contrainte ne lui est appliquée.

En plus des changements de propriétés électriques, les contraintes appliquées sur le cristal modifient aussi sa géométrie en fonction de son élasticité. Pour en tenir compte dans les variations de résistance, on peut aussi exprimer ces dernières en fonction des déformations via les facteurs de jauge (grandeurs sans unité). L'effet piézorésistif est plus important dans les ma-

1.3. Structure et principe de fonctionnement des capteurs MEMS pour la biologie

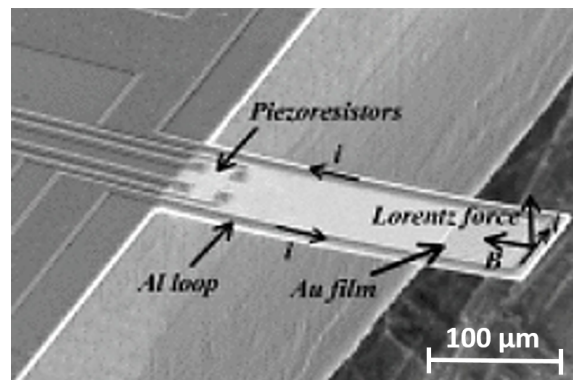


FIGURE 1.5 – Exemple d’implémentation de la détection piézorésistive combinée à un actionnement électromagnétique [33]. Les composants piézorésistifs sont placés à proximité de l’ancrage, là où les contraintes sont les plus importantes.

tériaux semi-conducteurs que dans les métaux, et devient prépondérant par rapport à la contribution géométrique dans le changement de résistance. On utilise donc couramment des semi-conducteurs dopés pour la détection piézorésistive. Cependant, à hautes fréquences, le bruit généré par les résistances élevées amènent à avoir recours à des métaux, ou bien à une technique de mixage de fréquences analogue à celle présentée paragraphe 4.4.

Pour la détection de vibration de cantilevers MEMS, l’élément piézorésistif est placé proche de l’ancrage, là où les contraintes sont les plus importantes. Le montage peut aussi comporter un pont de Wheatstone pour faire une détection en tension et supprimer les effets de mode commun.

Les premiers capteurs de pression piézorésistifs commerciaux sont apparus à partir de 1960, peu après la découverte de la piézorésistivité dans le silicium et le germanium [30]. Actuellement, les utilisations les plus fréquentes de matériaux piézorésistifs pour la détection de cantilevers MEMS en mode statique sont pour les capteurs de force ou de déplacement, notamment pour les pointes de microscope à force atomique (AFM) [31].

En mode dynamique, la détection piézorésistive est souvent associée à l’actionnement thermique pour des applications en détection de masse [32]. Un exemple de dispositif utilisant un actionnement électromagnétique et une détection piézo-résistive est représenté figure 1.5.

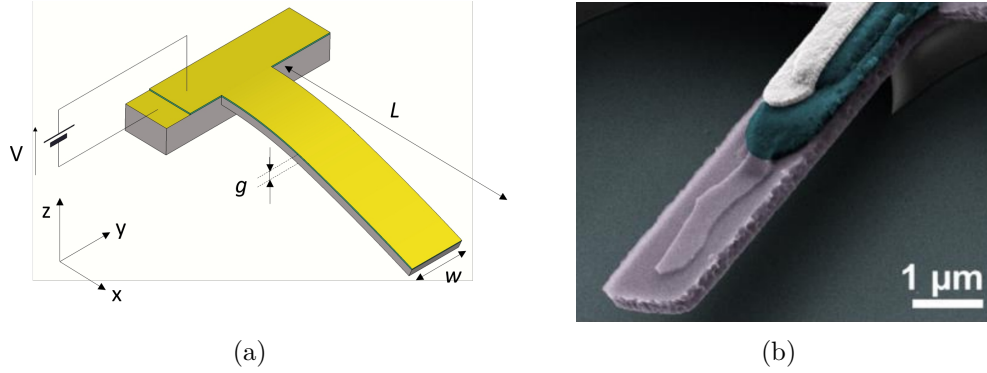


FIGURE 1.6 – (a) Principe de l'actionnement piézoélectrique : une couche de matériau piézoélectrique est prise en sandwich entre deux électrodes à la surface de la poutre. (b) Exemple de dispositif actionné avec un matériau piézoélectrique [34].

Transduction piézoélectrique

La plupart des matériaux cristallins ayant une structure non centrosymétrique se polarisent sous l'effet d'une contrainte. L'effet piézoélectrique direct est indissociable de l'effet piézoélectrique inverse : lorsque ces mêmes matériaux sont soumis à un champs électrique, ils se déforment. Ce couplage entre comportements électrique et mécanique peut être décrit par la relation élasto-piézoélectrique qui lie les tenseurs de contrainte mécanique $\boldsymbol{\sigma}$ et déplacement électrique \mathbf{D} aux tenseurs de déformation mécanique \mathbf{S} et de champs électrique \mathbf{E} :

$$\begin{cases} \boldsymbol{\sigma} = \mathbf{c}\mathbf{S} - \mathbf{e}^T \mathbf{E} \\ \mathbf{D} = \mathbf{e}\mathbf{S} + \boldsymbol{\varepsilon} \mathbf{E} \end{cases} \quad (1.10)$$

Les propriétés des matériaux sont alors décrites par le tenseur d'élasticité \mathbf{c} , le tenseur de piézoélectricité \mathbf{e} , le tenseur de piézoélectricité inverse \mathbf{e}^T , transposée du précédent, et le tenseur de permittivité $\boldsymbol{\varepsilon}$.

On considère une couche piézoélectrique à la surface d'un cantilever de longueur L , de largeur w , et d'épaisseur g , comme présenté sur la figure 1.6(a). Dans cette configuration, pour l'actionnement, l'application d'une tension électrique transverse à la couche engendre une déformation dans le plan, qui se traduit par la flexion du cantilever. Inversement, les déformations de la structure créent une polarisation électrique exploitable lors de la détection. On fait alors une série d'hypothèses mécaniques et électriques sur le matériau : la couche est orthotrope et isotrope dans le plan (x, y) , les déformations

1.3. Structure et principe de fonctionnement des capteurs MEMS pour la biologie

de cisaillement transverse sont négligeables, ainsi que les contraintes suivant y et z , et le champ électrique est uniforme dans la couche et orienté suivant z . On peut alors réduire la relation tensorielle (1.10) à un système à deux équations :

$$\begin{cases} \sigma_1 = Y S_1 - e_{31} E_3 \\ D_3 = e_{31} S_1 + \varepsilon E_3 \end{cases} \quad (1.11)$$

avec $\sigma_1, D_3, S_1, e_{31}, E_3$, les composantes des tenseurs $\boldsymbol{\sigma}$, \mathbf{D} , \mathbf{S} , \mathbf{e} et \mathbf{E} en notation de Voigt (les indices 1,2 et 3 correspondent respectivement aux directions x , y , et z), Y le module de Young de la couche dans la direction x , et ε sa constante diélectrique relative du matériau suivant la direction z .

Cette notation met en évidence le fait que les propriétés piézoélectriques exploitées ici sont représentées uniquement par le coefficient e_{31} , et l'efficacité d'actionnement, χ_p , d'un tel dispositif utilisé sur le premier mode dynamique d'une poutre encastrée-libre s'écrit [35] :

$$\chi_p = -0.68 \frac{g w}{L} e_{31} \quad (1.12)$$

Pour un dispositif utilisant du nitrure d'aluminium aux échelles des MEMS ($g = 700$ nm, $w = 40$ μ m, $L = 90$ μ m), cette efficacité atteint 170 nN/V [36].

Transduction capacitive

Les structures mettant en œuvre la transduction électrostatique sont formées d'un élément conducteur mobile en regard d'une électrode fixe. La mise sous tension de la capacité ainsi formée engendre l'apparition de charges opposées sur les électrodes, et donc la création de forces d'attraction électrostatique entre ses armatures. Ce sont ces forces qui permettent l'actionnement du MEMS.

Considérons un cantilever de longueur L , et de largeur w , séparé d'une électrode solidaire du substrat par la distance G . La tension V est appliquée entre le cantilever et l'électrode fixe (Figure 1.7(a)). En considérant des petits déplacements, la force F exercée par l'électrode fixe sur le cantilever s'écrit :

$$F = \frac{\varepsilon L w V^2}{2 G^2} \quad (1.13)$$

avec ε , la permittivité diélectrique du milieu séparant les deux électrodes (vide). La projection de cette force sur le premier mode de résonance donne

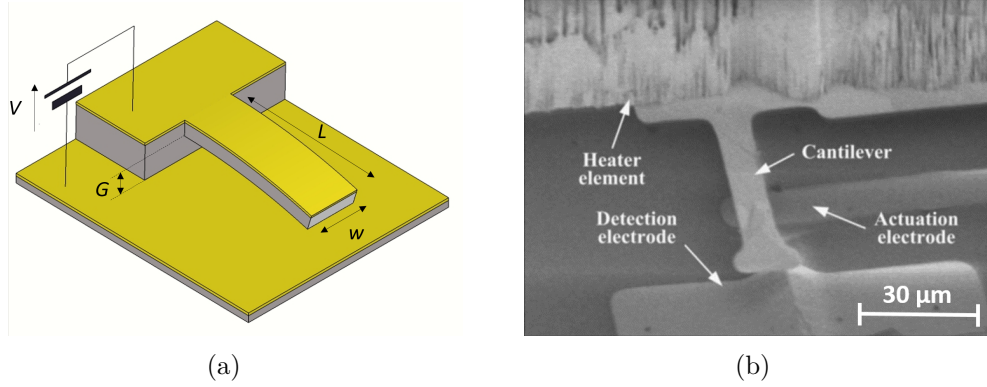


FIGURE 1.7 – (a) Principe de la transduction capacitive. (b) Résonateur MEMS exploitant l'actionnement électrostatique et la détection capacitive [37].

une force dite effective, qui participe à l'actionnement. L'efficacité d'actionnement s'exprime alors de la façon suivante :

$$\chi_s = 0.39 \frac{\varepsilon L w V}{G^2} \quad (1.14)$$

L'efficacité est donc fortement dépendante de G .

Pour un système sous vide de dimensions $L = 90 \mu\text{m}$, $w = 40 \mu\text{m}$, et $G = 2 \mu\text{m}$ actionné avec $V = 2 \text{ V}$, cette efficacité s'élève donc à 12.4 nN/V.

Pour la détection, on exploite les variations de capacité engendrées par les déformations du dispositif. En effet, lorsque celui-ci est polarisé, la modification de la distance entre les deux armature entraîne une variation de charge de la capacité, c'est à dire un courant induit, dit motionnel, qui, en mode dynamique, peut être mesuré à la fréquence de vibration du cantilever. L'efficacité de détection peut alors être définie comme la charge déplacée divisée par le déplacement mécanique (en coulomb par mètre). Elle est théoriquement égale à l'efficacité d'actionnement. Mais la réduction des dimensions du dispositif, entraîne la réduction du courant motionnel. Le signal utile se trouve alors noyé dans une composante de signal due au couplage capacitif parasite à la fréquence de travail.

La transduction capacitive présente les avantages d'être réciproque (actionnement et détection simultanés) et facile à mettre en œuvre par les moyens de fabrication classiques de la micro-électronique sur silicium. Toutefois, la réduction des dimensions des dispositifs est défavorable à la détection

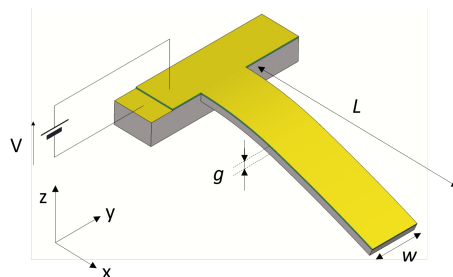


FIGURE 1.8 – Principe de l'actionnement diélectrique : une couche de matériau diélectrique est prise en sandwich entre deux électrodes à la surface de la poutre.

de charges, et la réduction du gap, très favorable à l'augmentation de l'efficacité, augmente le risque de défaillances par collage de la partie mobile sur l'électrode fixe lors de la fabrication ou du fonctionnement [38].

Potentiel de la transduction diélectrique

Le principal inconvénient de la méthode capacitive étant le compromis à trouver entre efficacité de transduction et risque de collage du cantilever sur le substrat, Bouwstra *et al.* proposa la transduction diélectrique comme alternative [39]. Ce mode de transduction consiste à utiliser les forces électrostatiques directement au sein d'une structure unimorphe semblable à celles des dispositifs exploitant la transduction piézoélectrique.

Dans le cas d'une poutre en flexion, l'actionnement est assuré par une couche isolante prise *en sandwich* entre deux électrodes à la surface du cantilever, comme présenté sur la figure 1.8. Comme pour le cas de l'actionnement électrostatique, la polarisation de la capacité ainsi formée, induit la charge des armatures et l'apparition de forces électrostatiques attractives entre ces dernières. Mais ici, l'attraction des armatures engendre une contrainte normale sur le film et ce sont ses propriétés d'élasticité qui interviennent pour convertir la contrainte normale en une déformation dans le plan de la couche, et ainsi provoquer la flexion de la structure.

L'efficacité de transduction d'un tel dispositif actionné par la superposition d'une tension alternative à une tension continue V_{DC} sera calculée dans

le chapitre suivant. Elle s'exprime de la façon suivante :

$$\chi_d = 0.68 \frac{gw}{Lh} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \varepsilon_0 \varepsilon_d |V_{DC}| \quad (1.15)$$

avec ν_d , ε_d et t respectivement le coefficient de Poisson, la constante diélectrique relative de la couche, et son épaisseur. e , w , et L représentent respectivement l'épaisseur du cantilever, sa largeur, et sa longueur, et ε_0 la permittivité diélectrique du vide. Pour un système de dimensions $L = 90 \mu\text{m}$, $w = 40 \mu\text{m}$, et $g = 700 \text{ nm}$ actionné avec une couche de nitrure de silicium d'épaisseur $h = 30 \text{ nm}$ sous $V_{DC} = 2 \text{ V}$, cette efficacité s'élève donc à 0.45 nN/V .

La détection quant à elle, est de type capacitif : les déformations de la structure entraînent une variation de la capacité, et donc, lorsqu'elle est polarisée, l'apparition d'un courant motionnel. L'efficacité de détection est théoriquement égale à l'efficacité d'actionnement.

La dépendance de l'efficacité en ε/t , montre que cette technique pourrait être optimisée par l'utilisation de couches minces de matériaux diélectriques à haute permittivité (high-K). Ceux-ci sont maintenant disponibles grâce aux technologies de dépôt de couches minces atomiques (ALD) disponibles en laboratoire et dans l'industrie, et compatibles avec les technologies sur silicium de micro-électronique classique (MOS). Cette technique pourrait donc être avantageusement utilisée pour des capteurs NEMS.

Le tableau 1.1 et la figure 1.9 résument les propriétés, et spécificités des méthodes de transduction précédemment présentées.

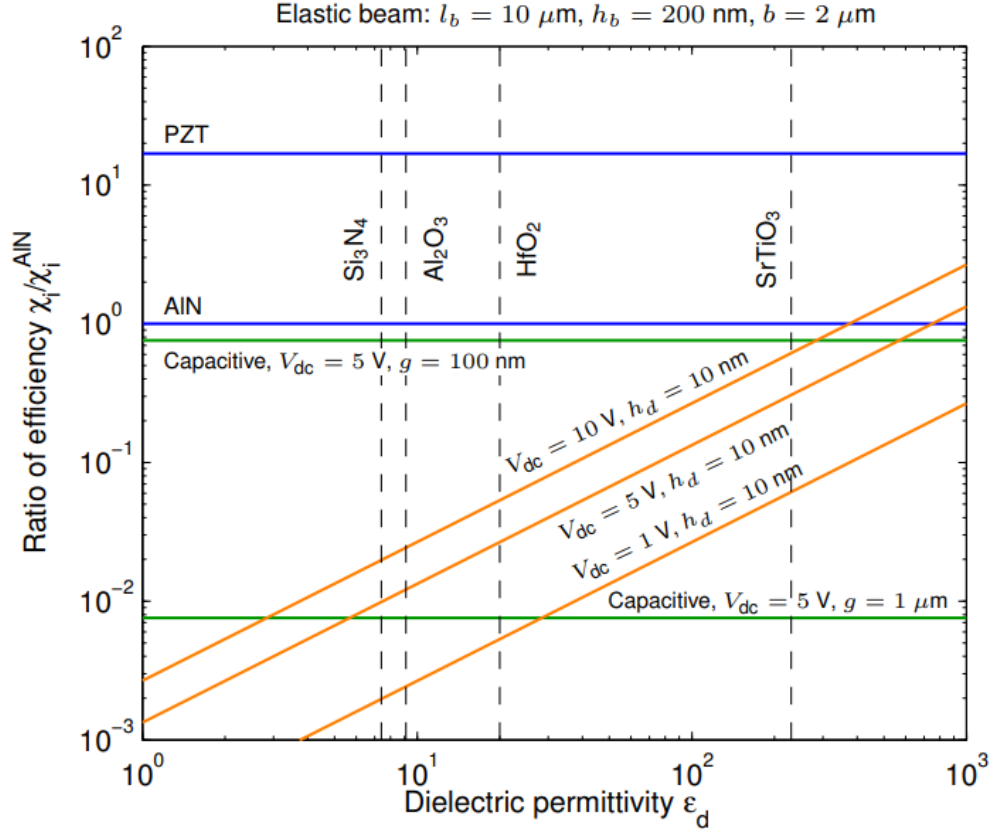
1.3.3 Application à la détection de masse : fonctionnalisation bio-chimique

Nous avons vu précédemment qu'un biocapteur MEMS fonctionne grâce à la modification de masse ou de raideur de sa structure suite à l'absorption ou l'adsorption de l'espèce cible à sa surface. Pour pouvoir fixer la cible, il est nécessaire de fonctionnaliser le capteur, c'est-à-dire de le recouvrir d'un agent de bio-reconnaissance chimique. C'est la fonctionnalisation qui assure la sélectivité du capteur, mais elle a aussi une forte influence sur ses autres critères de qualité. Par exemple, la vitesse de réaction chimique est un facteur limitant pour le temps de réponse du capteur.

1.3. Structure et principe de fonctionnement des capteurs MEMS pour la biologie

TABEAU 1.1 – Comparatif de quelques méthodes de transduction courantes pour les MEMS.

	Type de transduction			
	Piézorésistive	Piézoélectrique	Électrostatique	Diélectrique
Réciprocité	Détection uniquement	Oui	Oui (détection capacitive)	Oui (détection capacitive)
Intégrabilité		Faible compatibilité de certains matériaux avec les technologies C-MOS	Risques de défaillance par collage Réduction en taille défavorable à la détection	Matériaux High-K compatibles avec les technologies C-MOS
Mixage de fréquences	Oui	Pertes d'efficacité pour les couches minces Non	Oui	Oui



Material	$e_{31} [\text{C/m}^2]$	ν	$\epsilon_d [\text{F/m}]$
PZT	14	-	-
AlN	0.83	-	-
Si_3N_4	-	0.33	$7.4\epsilon_0$
Al_2O_3	-	0.24	$9.1\epsilon_0$
HfO_2	-	0.3	$20\epsilon_0$
SrTiO_3	-	0.23	$230\epsilon_0$

$$\epsilon_0 = 8.854 \text{ F/m}$$

FIGURE 1.9 – Comparatif des efficacités des moyens de transduction diélectrique, piézoélectrique, et capacitif pour des dimensions de cantilever données [40].

La reconnaissance chimique se fait généralement grâce à des espèces d'origine biologique, complémentaires de la cible. Ainsi, les affinités entre anticorps et antigènes sont couramment exploitées pour la détection de cellules [41] ou biomarqueurs protéiques [42], alors que des acides nucléiques sont utilisés pour la détection de virus [43] ou d'acide nucléique [44]. On retrouve aussi parmi les méthodes de reconnaissance l'utilisation d'autres protéines que les anticorps, de phages [45], ou encore de macromolécules de synthèses, en particulier, des polymères à empreintes moléculaires (MIP) qui combinent à la fois une reconnaissance chimique et géométrique [46].

On présente généralement le greffage du bio-récepteur à la surface du MEMS comme la réalisation de trois étapes : la préparation de la surface pour favoriser les interactions avec le bio-récepteur, l'immobilisation des espèces de reconnaissance, et la passivation des surfaces réactives restantes.

La principale difficulté liée à la fonctionnalisation concerne la compatibilité entre la formation de motifs localisés de molécules biologiques et les procédés de micro-fabrication classiques. Elle implique que l'étape de fonctionnalisation soit réalisée après la libération des structures suspendues, et donc fragiles.

1.4 Cadre de la thèse

Les travaux prometteurs de Bouwstra *et al.* [39], datant de 1989 et mettant en œuvre la transduction diélectrique avec du nitrure de silicium, étaient limités par les possibilités technologiques de l'époque. Ces travaux démontraient séparément l'actionnement et la détection diélectriques de poutres vibrantes en flexion, à l'échelle millimétrique. L'amélioration des techniques de fabrication a ensuite permis de réutiliser le concept de transduction diélectrique pour des structures de tailles micrométriques vibrant longitudinalement [47, 48].

L'objectif de cette thèse, réalisée au sein du Laboratoire d'analyse et d'architecture des systèmes (LAAS) sous la direction de Bernard Legrand, était dans un premier temps de démontrer la possibilité d'utiliser la transduction diélectrique pour l'actionnement et la détection électriques simultanés d'une structure vibrant en flexion, à l'échelle micrométrique. Et dans un deuxième temps, d'intégrer des matériaux à haute permittivité dans ces micro-systèmes afin d'améliorer leurs performances pour une utilisation en tant que capteurs

gravimétrique pour la biologie.

Après une description analytique de la vibration d'une poutre encastree-libre, réalisée à l'aide des travaux d'Olivier Thomas, chercheur au Laboratoire des Sciences de l'Information et des Systèmes (LSIS) à Lille, la fabrication, dont une étape réalisée avec la collaboration de l'Institut d'Électronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN) de Lille, et la caractérisation de dispositifs MEMS à transduction diélectrique sera présentée dans les chapitres suivants.

Bibliographie

- [1] F. T. Geyling and J. J. Forst. Semiconductor strain transducers. *Bell System Technical Journal*, 39(3) :705–731, 1960.
- [2] H. C. Nathanson, W. E. Newell, R. A. Wickstrom, and J. R. Davis. The resonant gate transistor. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 14(3) :117–133, 1967.
- [3] B. Vigna. More than moore : micro-machined products enable new applications and open new markets. In *IEEE International Electron Devices Meeting, 2005. IEDM Technical Digest.*, pages 8 pp.–8, 2005.
- [4] Y. Lu, E. O’Riordan, F. Cottone, S. Boisseau, D. Galayko, E. Blokhina, F. Marty, and P. Basset. A batch-fabricated electret-biased wideband mems vibration energy harvester with frequency-up conversion behavior powering a uhf wireless sensor node. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 26(12) :124004, 2016.
- [5] S. Zaliasl, J. C. Salvia, G. C. Hill, L. Chen, K. Joo, R. Palwai, N. Arumugam, M. Phadke, S. Mukherjee, H. C. Lee, C. Grosjean, P. M. Hagelin, S. Pamarti, T. S. Fiez, K. A. A. Makinwa, A. Partridge, and V. Menon. A 3 ppm $1.5 \times 0.8 \text{ mm}^2$ $1.0 \mu\text{A}$ 32.768 kHz mems-based oscillator. *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, 50(1) :291–302, 2015.
- [6] L. Ye, G. Zhang, Z. You, and C. Zhang. A 2d resonant mems scanner with an ultra-compact wedge-like multiplied angle amplification for miniature lidar application. In *2016 IEEE SENSORS*, pages 1–3, 2016.
- [7] D. Lange, C. Hagleitner, A. Hierlemann, O. Brand, and H. Baltes. Complementary metal oxide semiconductor cantilever arrays on a single chip : Mass-sensitive detection of volatile organic compounds. *Analytical Chemistry*, 74(13) :3084–3095, 2002. PMID : 12141668.
- [8] J.-O. Dennis, A.-Y. Ahmed, and M.-H. Khir. Fabrication and characterization of a cmos-mems humidity sensor. *Sensors*, 15(7) :16674–16687, 2015.
- [9] N. Nugaeva, K. Y. Gfeller, N. Backmann, H. P. Lang, M. Düggin, and M. Hegner. Micromechanical cantilever array sensors for selective fungal immobilization and fast growth detection. *Biosensors and Bioelectronics*, 21(6) :849 – 856, 2005.
- [10] J. A. Capobianco, W.-H. Shih, J.-H. Leu, G. Chu-Fang Lo, and W. Y. Shih. Label free detection of white spot syndrome virus using lead magnesium niobate-lead titanate piezoelectric microcantilever sensors. *Biosensors and Bioelectronics*, 26(3) :964 – 969, 2010.

- [11] C. Vančura, Y. Li, J. Lichtenberg, K.-U. Kirstein, A. Hierlemann, and F. Josse. Liquid-phase chemical and biochemical detection using fully integrated magnetically actuated complementary metal oxide semiconductor resonant cantilever sensor systems. *Analytical Chemistry*, 79(4) :1646–1654, 2007.
- [12] L. A. Beardslee, O. Brand, and F. Josse. *Resonant MEMS Chemical Sensors*, pages 355–390. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2015.
- [13] B. N. Johnson and R. Mutharasan. *Biosensors*, pages 391–426. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2015.
- [14] A. I. Mohammed, S. Gupta, and H. Shuakat. A review on electrochemical biosensors : Principles and applications. *Advances in Bioresarch* 0976-4585, 3 :158–163, 2012.
- [15] P. Damborský, J. Švitel, and J. Katrlík. Optical biosensors. *Essays In Biochemistry*, 60(1) :91–100, 2016.
- [16] M. J. Wenzel, F. Josse, S. M. Heinrich, E. Yaz, and P. G. Datskos. Sorption-induced static bending of microcantilevers coated with viscoelastic material. *Journal of Applied Physics*, 103(6) :064913, 2008.
- [17] G. Wu, R. H. Datar, K. M. Hansen, T. Thundat, R. J. Cote, and A. Majumdar. Bioassay of prostate-specific antigen (psa) using microcantilevers. *nature biotechnology*, 19 :856–860, 2001.
- [18] W. Zhu, J. S. Park, J. L. Sessler, and A. Gaitas. A colorimetric receptor combined with a microcantilever sensor for explosive vapor detection. *Applied Physics Letters*, 98(12) :123501, 2011.
- [19] H. Jensenius, J. Thaysen, A. A. Rasmussen, L. H. Veje, O. Hansen, and A. Boisen. A microcantilever-based alcohol vapor sensor-application and response model. *Applied Physics Letters*, 76(18) :2615–2617, 2000.
- [20] G. Sauerbrey. Verwendung von schwingquarzen zur wägung dünner schichten und zur mikrowägung. *Zeitschrift für Physik*, 155(2) :206–222, 1959.
- [21] R. T. Howe and R. S. Muller. Resonant-microbridge vapor sensor. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 33(4) :499–506, 1986.
- [22] S. Dohn, W. Svendsen, A. Boisen, and O. Hansen. Mass and position determination of attached particles on cantilever based mass sensors. *Review of Scientific Instruments*, 78(10) :103303, 2007.
- [23] S. Olcum, N. Cermak, S. C. Wasserman, and S. R. Manalis. High-speed multiple-mode mass-sensing resolves dynamic nanoscale mass distributions. *Nature Communications*, 6(7070), 2015.

-
- [24] S. Schmid, L. G. Villanueva, and M. L. Roukes. *Fundamentals of Nanomechanical Resonators*. Springer International Publishing, 2016.
 - [25] B. Sviličić, E. Mastropaolo, and R. Cheung. Electrothermal actuation of mems resonator based filters with piezoelectric sensing. In *2016 Progress in Electromagnetic Research Symposium (PIERS)*, pages 3516–3516, 2016.
 - [26] A. N. Cleland and M. L. Roukes. Fabrication of high frequency nanometer scale mechanical resonators from bulk si crystals. *Applied Physics Letters*, 69(18) :2653–2655, 1996.
 - [27] M. Fan, B. Deng, and H. Tzou. Dynamic flexoelectric actuation and control of beams. *Journal of Vibration and Acoustics*, 140, 2018.
 - [28] K. Srinivasan, H. Miao, M. T. Rakher, M. Davanço, and V. Aksyuk. Optomechanical transduction of an integrated silicon cantilever probe using a microdisk resonator. *Nano Letters*, 11(2) :791–797, 2011. PMID : 21250747.
 - [29] C. S. Smith. Piezoresistance effect in germanium and silicon. *Phys. Rev.*, 94 :42–49, 1954.
 - [30] G. R. Higson. Recent advances in strain gauges. *Journal of Scientific Instruments*, 41(7) :405, 1964.
 - [31] A. A. Barlian, W.-T. Park, J. R. Mallon, A. J. Rastegar, and B. L. Pruitt. Review : Semiconductor piezoresistance for microsystems. In *Proceedings of the IEEE. Institute of Electrical and Electronics Engineers*, volume 97, pages 513–552, 2009.
 - [32] L. A. Beardslee, A. M. Addous, S. Heinrich, F. Josse, I. Dufour, and O. Brand. Thermal excitation and piezoresistive detection of cantilever in-plane resonance modes for sensing applications. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19(4) :1015–1017, 2010.
 - [33] D. Jin, X. Li, J. Liu, G. Zuo, Y. Wang, M. Liu, and H. Yu. High-mode resonant piezoresistive cantilever sensors for tens-femtogram resolvable mass sensing in air. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 16(5) :1017, 2006.
 - [34] D. Dezest, O. Thomas, F. Mathieu, L. Mazenq, and C. Soyer. Wafer-scale fabrication of self-actuated piezoelectric nanoelectromechanical resonators based on lead zirconate titanate (pzt). *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 25, 2015.
 - [35] D. L. DeVoe. Piezoelectric thin film micromechanical beam resonators. *Sensors and Actuators A : Physical*, 88(3) :263 – 272, 2001.

- [36] P. Ivaldi, J. Abergel, M. H. Matheny, L. G. Villanueva, R. B. Karabalin, M. L. Roukes, P. Andreucci, S. Hentz, and E. Defay. 50 nm thick aln film-based piezoelectric cantilevers for gravimetric detection. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 21(8) :085023, 2011.
- [37] S. J. Kim, T. Ono, and M. Esashi. Mass detection using capacitive resonant silicon resonator employing lc resonant circuit technique. *Review of scientific instruments*, 78(8) :085103–1–085103–6, 2007.
- [38] W.-M. Zhang, H. Yan, Z.-K. Peng, and G. Meng. Electrostatic pull-in instability in mems/nems : A review. *Sensors and Actuators A : Physical*, 214(Supplement C) :187 – 218, 2014.
- [39] S. Bouwstra, F.R. Blom, T.S.J. Lammerink, H. Yntema, P. Schrap, J.H.J. Fluitman, and M. Elwenspoek. Excitation and detection of vibrations of micromechanical structures using a dielectric thin film. *Sensors and Actuators*, 17(1) :219 – 223, 1989.
- [40] O. Thomas, B. Legrand, and C. Fuinel. Optimization of length and thickness of smart transduction layers on beam structures for control and M/NEMS applications. In *ASME 2015 Conference on Smart Materials Adaptive Structures and Intelligent Systems (SMASIS 2015)*, volume 1 of *Development and Characterization of Multifunctional Materials ; Mechanics and Behavior of Active Materials ; Modeling, Simulation and Control of Adaptive Systems*, page 9p., Colorado Springs, United States, 2015. ASME.
- [41] A. P. Davila, J. Jang, A. K. Gupta, T. Walter, A. Aronson, and R. Bashir. Microresonator mass sensors for detection of bacillus anthracis Sterne spores in air and water. *Biosensors and Bioelectronics*, 22(12) :3028 – 3035, 2007. Chem and Biosensing Transistors : from materials to systems.
- [42] D. G. Hwang, Y. M. Chae, N. Choi, I.-J. Cho, J. Y. Kang, and S. H. Lee. Label-free detection of prostate specific antigen (psa) using a bridge-shaped pzt resonator. *Microsystem Technologies*, 23(5) :1207–1214, 2017.
- [43] C.-W. Huang, H.-T. Hsueh, Y.-J. Huang, H.-H. Liao, H.-H. Tsai, Y.-Z. Juang, T.-H. Lin, S.-S. Lu, and C.-T. Lin. A fully integrated wireless cmos microcantilever lab chip for detection of dna from hepatitis b virus (hbv). *Sensors and Actuators B : Chemical*, 181 :867 – 873, 2013.
- [44] B. N. Johnson and R. Mutharasan. Sample preparation-free, real-time detection of microRNA in human serum using piezoelectric cantilever biosensors at attomole level. *Analytical Chemistry*, 84(23) :10426–10436, 2012. PMID : 23101954.

- [45] L. Fu, S. Li, K. Zhang, I. H. Chen, J. M. Barbaree, A. Zhang, and Z. Cheng. Detection of bacillus anthracis spores using phage-immobilized magnetostrictive milli/micro cantilevers. *IEEE Sensors Journal*, 11(8) :1684–1691, 2011.
- [46] E. L. Holthoff, L. Li, T. Hiller, and K. L. Turner. A molecularly imprinted polymer (mip)-coated microbeam mems sensor for chemical detection. *Proc.SPIE*, 9455 :9455 – 9455 – 14, 2015.
- [47] D. Weinstein and S. A. Bhawe. Internal dielectric transduction in bulk-mode resonators. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 18 :219 – 223, 2009.
- [48] Y.-W. Lin, S.-S. Li, Y. Xie, Z. Ren, and C. T. C. Nguyen. Vibrating micromechanical resonators with solid dielectric capacitive transducer gaps. In *Proceedings of the 2005 IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition, 2005.*, pages 128–134, 2005.

Chapitre 2

Modélisation de la poutre encastrée-libre en actionnement et détection diélectrique

Pour estimer les ordres de grandeur des paramètres caractéristiques et connaître les performances théoriques auxquelles on peut s'attendre dans le cas d'une transduction diélectrique, deux approches ont été utilisées : un modèle analytique, et un modèle par éléments finis.

Sommaire

2.1	Description du système	30
2.2	Etude de l'actionnement	31
2.3	Etude de la détection	42
2.4	Efficacité de transduction	43
2.5	Remarques sur l'utilisation d'un modèle FEM .	44

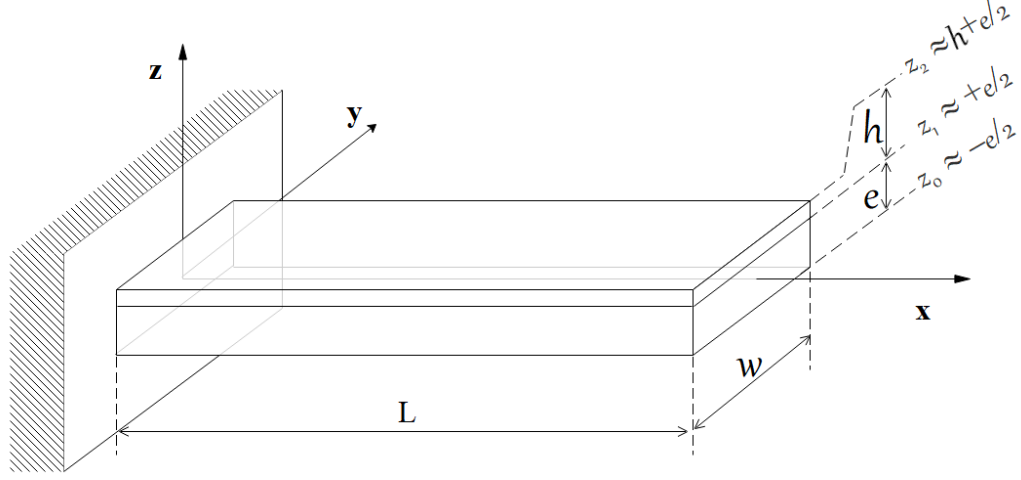


FIGURE 2.1 – Représentation schématique du système de coordonnées, de la géométrie de la poutre, et de la position de l'axe neutre (confondu avec l'axe \mathbf{x}).

2.1 Description du système

On étudie ici l'actionnement et la détection des vibrations d'une poutre encastrée-libre en silicium actionnée en flexion par une couche diélectrique placée sur l'une de ses faces. La figure 2.1 représente schématiquement la géométrie du cantilever. On considère les contacts électriques sans épaisseur. L'épaisseur de la couche diélectrique est faible devant celle du silicium, de telle manière qu'on considère la fibre neutre comme étant au milieu de l'élément en silicium. Les déplacements et la dépendance des variables suivant y sont négligés. La couche diélectrique et le cantilever en silicium sont traités comme des solides élastiques linéaires isotropes idéaux. Enfin, toute section normale à l'axe neutre reste plane et perpendiculaire à cet axe au cours de la déformation.

La figure 2.2 présente la poutre en flexion. On note P un point de coordonnées (x, y, z) , et $u(x, t)$ et $v(x, t)$ les composantes du déplacement de la projection de P sur l'axe neutre, respectivement suivant \mathbf{x} et \mathbf{z} . Le déplacement de P à un instant t est donné par :

$$\mathbf{U}(x, y, z, t) = \left(u(x, t) - z \frac{\partial v}{\partial x}(x, t) \right) \mathbf{x} + v(x, t) \mathbf{z} \quad (2.1)$$

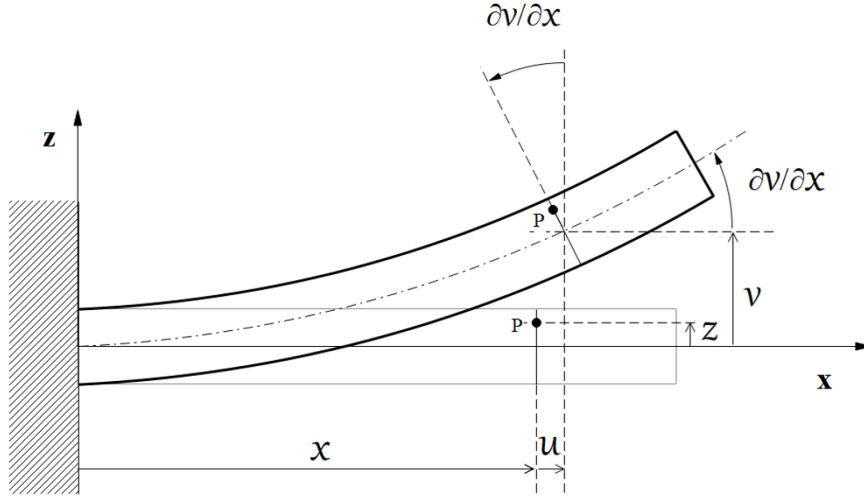


FIGURE 2.2 – Flexion de la poutre. u représente le déplacement longitudinal du point de l'axe neutre appartenant à la même section que P , v , son déplacement transversal.

2.2 Etude de l'actionnement

Pression électrostatique

Une tension V est appliquée sur les faces opposées de la couche mince diélectrique. On considère la durée caractéristique des phénomènes électriques comme négligeable devant la durée caractéristique des phénomènes mécaniques. On étudie donc ici les effets d'un champ électrostatique supposé constant dans toute la couche diélectrique. Cette dernière est considérée comme purement isolante : sans charges électriques libres. De plus, les dimensions latérales des armatures sont grandes devant l'épaisseur du diélectrique, donc le champ électrique dans le condensateur, noté $\vec{\mathcal{E}}$, est supposé uniforme et parallèle à la direction z .

De l'accumulation des charges opposées, résulte une force électrostatique attractive \vec{F}_e entre les armatures, égale au produit de la charge de l'électrode considérée, Q , par le champ électrique généré par l'autre plaque :

$$F_e = Q \frac{\mathcal{E}}{2} \quad (2.2)$$

En négligeant les déformations de la couche, le champ électrique s'écrit :

$$\mathcal{E} = \frac{V}{h} \quad (2.3)$$

et la charge du condensateur :

$$Q = \varepsilon_0 \varepsilon_d w L \mathcal{E} \quad (2.4)$$

ε_0 , ε_d , sont respectivement la permittivité diélectrique du vide, et la permittivité diélectrique relative du matériau de la couche.

On en déduit la norme de la force électrostatique :

$$F_e = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_d}{2h^2} w L V^2 \quad (2.5)$$

On peut alors définir la pression électrostatique appliquée au diélectrique comme :

$$P_e = \frac{F_e}{wL} = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_d}{2h^2} V^2 \quad (2.6)$$

Avec une couche de nitrure de silicium ($\varepsilon_d = 7.4$) de 20 nm d'épaisseur, soumise à une tension de 3 V, cette pression électrostatique s'élève à $7.4 \cdot 10^5$ Pa, c'est à dire l'équivalent de 7.4 atmosphères ou bars.

Loi de Hooke

Les propriétés d'élasticité du diélectrique provoquent une déformation dans le plan de la couche en réponse à la pression électrostatique qui s'exerce sur celle-ci. La loi de Hooke permet de quantifier cet effet. En notant respectivement \mathbf{S} , \mathbf{s} , et \mathbf{T} , les tenseurs de déformation, d'élasticité, et de contrainte, on peut appliquer la loi de Hooke à un élément de la poutre : $\mathbf{S} = \mathbf{sT}$.

On utilise ici les notations de Voigt, c'est-à-dire que le tenseur des déformations de taille 3×3 en notation tensorielle devient une matrice de taille

6×1 :

$$\mathbf{S} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} \\ S_{21} & S_{22} & S_{23} \\ S_{31} & S_{32} & S_{33} \end{pmatrix} \longrightarrow \mathbf{S} = \begin{pmatrix} S_1 = S_{11} \\ S_2 = S_{22} \\ S_3 = S_{33} \\ S_4 = 2S_{23} = 2S_{32} \\ S_5 = 2S_{13} = 2S_{31} \\ S_6 = 2S_{12} = 2S_{21} \end{pmatrix} \quad (2.7)$$

Notation tensorielle

Notation de Voigt

De la même manière, le tenseur des contraintes devient :

$$\mathbf{T} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \longrightarrow \mathbf{T} = \begin{pmatrix} \sigma_1 = \sigma_{11} \\ \sigma_2 = \sigma_{22} \\ \sigma_3 = \sigma_{33} \\ \sigma_4 = \sigma_{23} = \sigma_{32} \\ \sigma_5 = \sigma_{13} = \sigma_{31} \\ \sigma_6 = \sigma_{12} = \sigma_{21} \end{pmatrix} \quad (2.8)$$

Notation tensorielle

Notation de Voigt

La figure 2.3 représente un élément de volume et les composantes du tenseur de contrainte qui lui sont appliquées en notations tensorielle et en notation de Voigt.

L'hypothèse des matériaux isotropes permet de réduire le tenseur d'élasticité à la forme :

$$\mathbf{s} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} \end{pmatrix} \quad (2.9)$$

avec ν le coefficient de Poisson, et E le module de Young du matériau considéré.

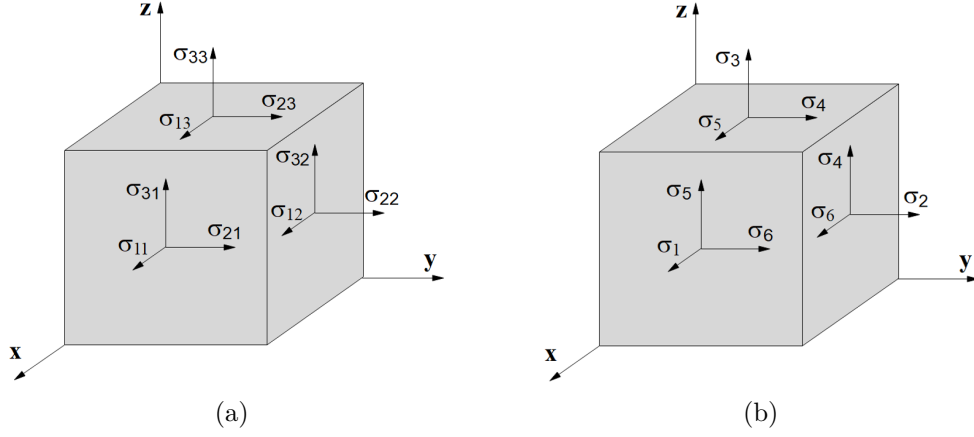


FIGURE 2.3 – Élément de volume de la poutre, sur lequel s'appliquent les composantes du tenseur de contraintes (a) en notation tensorielle et (b) en notation de Voigt.

La loi de Hooke s'écrit alors sous la forme du système d'équations suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} S_1 = \frac{1}{E}(\sigma_1 - \nu\sigma_2 - \nu\sigma_3) \\ S_2 = \frac{1}{E}(-\nu\sigma_1 + \sigma_2 - \nu\sigma_3) \\ S_3 = \frac{1}{E}(-\nu\sigma_1 - \nu\sigma_2 + \sigma_3) \\ S_4 = \frac{2}{E}(1 + \nu)\sigma_4 \\ S_5 = \frac{2}{E}(1 + \nu)\sigma_5 \\ S_6 = \frac{2}{E}(1 + \nu)\sigma_6 \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} (2.10) \\ (2.11) \\ (2.12) \end{array}$$

On néglige tous les déplacements selon l'axe \mathbf{y} , donc les déformations sont nulles : $S_2 = 0$. On peut donc déduire des équations (2.10) et (2.11) la relation :

$$\sigma_1 = \frac{E}{1 - \nu^2} S_1 + \frac{\nu}{1 - \nu} \sigma_3 \quad (2.13)$$

En utilisant (2.1), on peut écrire l'allongement d'un élément de volume dans la direction \mathbf{x} , c'est-à-dire S_1 , comme la dérivée du déplacement dans cette direction, par rapport à x :

$$S_1 = \frac{\partial u}{\partial x} - z \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \quad (2.14)$$

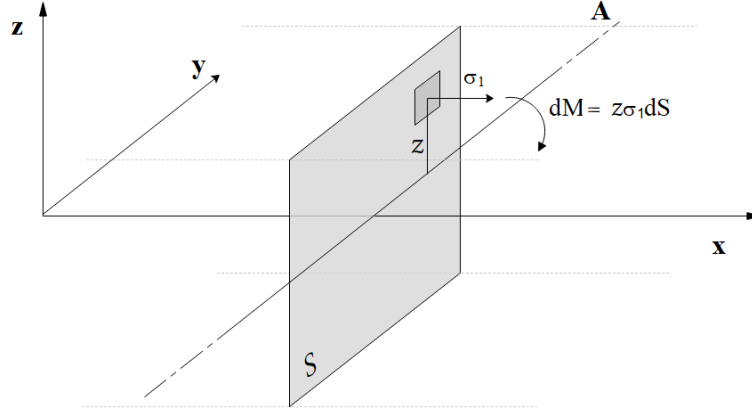


FIGURE 2.4 – Section de poutre, et moment en flexion induit par σ_1 autour de l'axe \mathcal{A} .

Dans le diélectrique, les contraintes suivant \mathbf{z} sont provoquées par la pression électrostatique ($\sigma_3 = -P_e$). Donc, avec (2.14), l'expression (2.13) devient :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_1 = \frac{E_d}{1 - \nu_d^2} \left(\frac{\partial u}{\partial x} - z \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \right) - \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} P_e \end{array} \right. \quad \text{Dans le diélectrique} \quad (2.15)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_1 = \frac{E_{Si}}{1 - \nu_{Si}^2} \left(\frac{\partial u}{\partial x} - z \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \right) \end{array} \right. \quad \text{Dans le silicium} \quad (2.16)$$

Expression du moment en flexion agissant sur la poutre

On considère une section \mathcal{S} du cantilever. Le moment en flexion autour de l'axe \mathcal{A} parallèle à \mathbf{y} qui passe par le point d'intersection de l'axe neutre avec \mathcal{S} (cf. figure 2.4) est défini comme :

$$M = \int_{\mathcal{S}} z \sigma_1 d\mathcal{S} \quad (2.17)$$

Avec σ_1 indépendant de y , et l'axe neutre centré sur le silicium, en utilisant

les expressions (2.15) et (2.16), M s'écrit :

$$M = w \frac{E_d}{1 - \nu_d^2} \int_{e/2}^{h+e/2} z \left(\frac{\partial u}{\partial x} - z \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \right) dz - w \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} P_e \int_{e/2}^{h+e/2} z dz + w \frac{E_{Si}}{1 - \nu_{Si}^2} \int_{-e/2}^{+e/2} z \left(\frac{\partial u}{\partial x} - z \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \right) dz \quad (2.18)$$

En intégrant, et en négligeant les déformations longitudinales de la poutre, la contribution de l'allongement de la couche par rapport à celle de l'allongement de l'élément en silicium, et le terme du second ordre en h dans la contribution de la pression électrostatique, il vient :

$$M = -A \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} - B \quad (2.19)$$

avec

$$\left\{ \begin{array}{l} A = \frac{we^3}{12} \frac{E_{Si}}{1 - \nu_{Si}^2} \\ B = \frac{weh}{2} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} P_e \end{array} \right. \quad (2.20)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} B = \frac{weh}{2} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} P_e \end{array} \right. \quad (2.21)$$

Équation du mouvement

Sur la section de poutre de longueur dx présentée figure 2.5, en négligeant les forces et l'inertie longitudinales, l'inertie de rotation de la poutre, et la répartition linéique de moments, les équations d'équilibre se rapportant aux efforts transversaux et aux moments longitudinaux peuvent s'écrire :

$$\left\{ \begin{array}{l} -T + q(x)dx + (T + dT) = \rho_{Si} we dx \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} \\ -M - \frac{q(x)}{2} dx^2 + (M + dM) - (T + dT) \frac{dx}{2} - T \frac{dx}{2} = 0 \end{array} \right. \quad (2.22)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} -M - \frac{q(x)}{2} dx^2 + (M + dM) - (T + dT) \frac{dx}{2} - T \frac{dx}{2} = 0 \end{array} \right. \quad (2.23)$$

avec

- ρ_{Si} la masse volumique du silicium ;
- M , et $M + dM$ les moments en flexion en x et $x + dx$;
- T , et $T + dT$ les efforts transversaux en x et $x + dx$;
- $q(x)$, une répartition linéique d'efforts transversaux ;
- et la relation suivante :

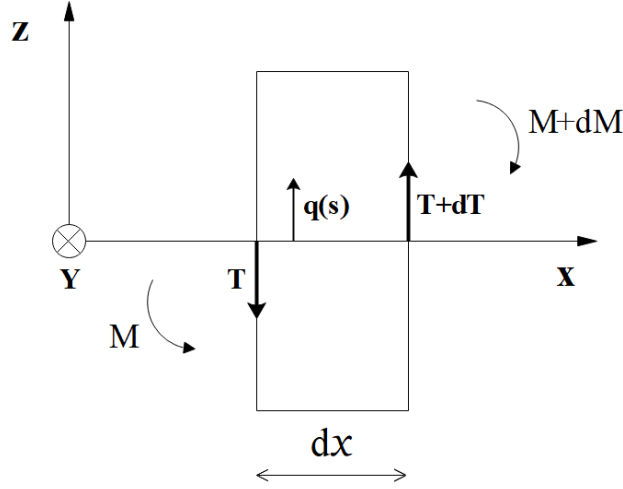


FIGURE 2.5 – Section de poutre d'épaisseur dx sur laquelle s'exercent efforts transversaux et moments.

$$\begin{aligned} \int_x^{x+dx} q(s)(x+dx-s)ds &= (x+dx)q(x) \int_x^{x+dx} ds - q(x) \int_x^{x+dx} s ds \\ &= \frac{1}{2}q(x)dx^2 \end{aligned} \quad (2.24)$$

On peut négliger les termes du second degré. On obtient alors l'équation de mouvement suivante :

$$\frac{\partial^2 M}{\partial x^2} = -q(x) + \rho_{siwe} \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} \quad (2.25)$$

Conditions aux limites

On considère que le terme du moment décrivant l'actionnement est constant (égal à B) sur la longueur de la couche diélectrique, et qu'il s'annule en $x = L$. En notant $\mathcal{H}(x)$ la fonction de Heavyside, M (2.19) devient :

$$M = -A \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} - B [1 - \mathcal{H}(x - L)] \quad (2.26)$$

avec la fonction de Heavyside définie de la manière suivante :

$$\begin{cases} \mathcal{H}(x) = 0 & \text{En } x < 0 \\ \mathcal{H}(x) = 1 & \text{En } x > 0 \end{cases} \quad (2.27)$$

$$(2.28)$$

La dérivée de la fonction de Heavyside est la fonction de Dirac $\delta(x)$. En injectant l'expression du moment (2.26) à l'équation du mouvement (2.25), celle-ci devient :

$$-A \frac{\partial^4 v}{\partial x^4} + B \frac{\partial}{\partial x} \delta(x - L) = -q(x) + \rho_{Si} w e \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} \quad (2.29)$$

Et les conditions aux limites associées pour la poutre encastree-libre sont les suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{ll} v = 0 & \text{En } x = 0 \end{array} \right. \quad (2.30)$$

$$\left\{ \begin{array}{ll} \frac{\partial v}{\partial x} = 0 & \text{En } x = 0 \end{array} \right. \quad (2.31)$$

$$\left\{ \begin{array}{ll} \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} = 0 & \text{En } x = L \end{array} \right. \quad (2.32)$$

$$\left\{ \begin{array}{ll} \frac{\partial^3 v}{\partial x^3} = 0 & \text{En } x = L \end{array} \right. \quad (2.33)$$

Modes propres

Les modes de vibration propres sont solutions de la partie homogène de l'équation du mouvement (2.29) :

$$A \frac{\partial^4 v}{\partial x^4} + \rho_{Si} w e \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = 0 \quad (2.34)$$

La méthode de séparation des variables permet de résoudre l'équation différentielle. Les fonctions de la forme $v_i(x, t) = a_i \Phi_i(x) \cos(\omega_i t + \psi_i)$ sont solutions. En les injectant dans l'équation on obtient alors :

$$\frac{\partial^4 \Phi_i(x)}{\partial x^4} = \frac{\rho_{Si} w e}{A} \omega_i^2 \Phi_i(x) \quad (2.35)$$

On en déduit alors que $\Phi_i(x)$ est de la forme :

$$\Phi_i(x) = A_i \cosh(\lambda_i x) + B_i \sinh(\lambda_i x) + C_i \cos(\lambda_i x) + D_i \sin(\lambda_i x) \quad (2.36)$$

avec

$$\lambda_i^2 = \omega_i \sqrt{\frac{\rho_{Si} w e}{A}} \quad (2.37)$$

Les conditions aux limites et le choix de poser $A_i = 1$ permettent d'écrire les déformées modales de la poutre $\Phi_i(x)$:

$$\Phi_i(x) = \left[\cos\lambda_i x - \cosh\lambda_i x - \frac{\cos\lambda_i L + \cosh\lambda_i L}{\sin\lambda_i L + \sinh\lambda_i L} (\sin\lambda_i x - \sinh\lambda_i x) \right] \quad (2.38)$$

Les ω_i en sont les pulsations propres associées.

$$\omega_i = \lambda_i^2 \sqrt{\frac{A}{\rho_{Si} w e}} \quad (2.39)$$

Donc les fréquences propres de vibration de la poutre sont de la forme :

$$[f_{res}]_i = \frac{e\lambda_i^2}{4\pi} \sqrt{\frac{E_{Si}}{3\rho_{Si}(1 - \nu_{Si}^2)}} \quad (2.40)$$

Les $\lambda_i L$ sont des valeurs discrètes imposées par les conditions aux limites dont les quatre premières sont $\lambda_1 L = 1.8751$, $\lambda_2 L = 4.6941$, $\lambda_3 L = 7.8548$, $\lambda_4 L = 10.996$. Les quatre premières déformées modales correspondantes sont représentées figure 2.6. Et les modes (Φ_i, ω_i) sont orthogonaux c'est-à-dire que :

$$\int_0^L \Phi_i \Phi_j dx = L \delta_{ij} \quad (2.41)$$

avec δ_{ij} le symbole de Kronecker :

$$\begin{cases} \delta_{ij} = 1 & \text{si } i = j \\ \delta_{ij} = 0 & \text{si } i \neq j \end{cases}$$

Fonction de transfert

Avec les $p_j(t)$ les composantes harmoniques de v , on peut écrire $v(x, t)$ sur la base des modes propres :

$$v(x, t) = \sum_k a_k \Phi_k(x) p_k(t) \quad (2.42)$$

En injectant (2.42) dans (2.29), avec $q_i(x) = -\rho_{Si} e w \frac{\omega_i}{Q_i} \frac{\partial v}{\partial t}$ l'amortissement mécanique modal du i^e mode (Q_i étant le facteur de qualité du i^e mode, défini

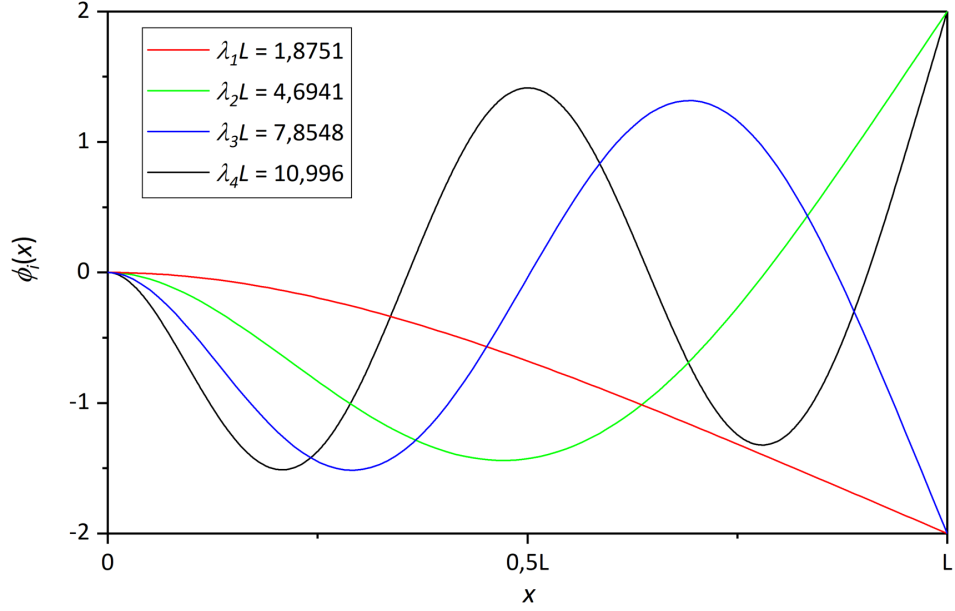


FIGURE 2.6 – Déformées modales $\Phi_i(x)$ pour les quatre premières valeurs de i .

au paragraphe 1.3.1), ainsi que l'expression de ω_i (2.39), en multipliant par Φ_i , et en intégrant sur la longueur de la poutre, on obtient :

$$-M_0 a_i \omega_i^2 p_i(t) - B \frac{\partial \Phi_i}{\partial x}(L) = M_0 a_i \frac{\omega_i}{Q_i} \frac{\partial p_i(t)}{\partial t} + M_0 a_i \frac{\partial^2 p_i(t)}{\partial t^2} \quad (2.43)$$

avec M_0 la masse du cantilever.

On applique une tension complexe $V = V_{DC} + V_{AC} e^{j\Omega t + \psi}$ au diélectrique, avec Ω au voisinage de la pulsation propre ω_i . Avec les expressions (2.21) et (2.6) le terme B s'écrit :

$$B = \frac{we}{4} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_d}{h} \left(V_{DC}^2 + 2V_{DC} V_{AC} e^{j\Omega t + \psi} + V_{AC}^2 e^{j2\Omega t + 2\psi} \right) \quad (2.44)$$

On s'intéresse à la réponse du système au voisinage de ω_i , on cherche donc une solution à l'équation (2.43) avec :

$$B = \frac{we}{2} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_d}{h} V_{DC} V_{AC} e^{j\Omega t + \psi} \quad (2.45)$$

Les solutions sont de la forme $p_i(t) = p_0 e^{j\Omega t + \varphi}$. On a donc :

$$\left[\frac{we}{2} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_d}{h} V_{DC} \frac{\partial \Phi_i}{\partial x}(L) \right] V_{AC} e^{j\Omega t + \psi} = M_0 a_i p_i(t) \left[(\Omega^2 - \omega_i^2) - j \frac{\omega_i \Omega}{Q_i} \right] \quad (2.46)$$

La fonction de transfert H du système pour le mode i est définie comme la rapport entre déplacement, $a_i \Phi_i p_i$, et tension d'excitation, $V_{AC} e^{j\Omega t + \psi}$:

$$H(x, \Omega) = \frac{\Phi_i(x)}{M_0 \left[(\Omega^2 - \omega_i^2) - j \frac{\omega_i \Omega}{Q_i} \right]} \cdot \frac{we}{2} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_d}{h} V_{DC} \frac{\partial \Phi_i}{\partial x}(L) \quad (2.47)$$

Classiquement, ce modèle est assimilé à un modèle réduit masse-ressort amorti comme celui représenté figure 2.7. Dans ce modèle, l'amplitude de vibration de la masse équivalente, dite masse effective (M_{eff}), est égale à l'amplitude de vibration de l'extrémité du levier, et l'énergie cinétique est la même, de telle sorte qu'on a la relation suivante :

$$\frac{1}{2} \int_0^L \rho_{Si} ew \left(\frac{\partial v}{\partial t}(x) \right)^2 dx = \frac{1}{2} M_{eff} \left(\frac{\partial v}{\partial t}(L) \right)^2 \quad (2.48)$$

En remplaçant v par l'expression (2.42), on obtient pour chacun des modes :

$$\rho_{Si} ew \int_0^L \Phi_i^2(x) dx = M_{eff} \Phi_i^2(L) \quad (2.49)$$

D'où, avec la relation d'orthogonalité (2.41), et la valeur $\Phi_i(L) = -2$:

$$M_{eff} = \rho_{Si} ew \frac{\int_0^L \Phi_i^2(x) dx}{\Phi_i^2(L)} = \frac{\rho_{Si} ew L}{4} = \frac{M_0}{4} \quad (2.50)$$

Donc dans le modèle équivalent, au voisinage du premier mode de résonance ($x = L$, $M = 4M_{eff}$, $i = 1$, $\Phi_1(L) = -2$, $\frac{\partial \Phi_1}{\partial x}(L) = -2.753/L$), la fonction de transfert du système s'écrit :

$$H(\Omega) = \frac{1}{M_{eff} \left[(\Omega^2 - \omega_1^2) - j \frac{\omega_1 \Omega}{Q_1} \right]} \cdot 0.68 \frac{we}{Lh} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \varepsilon_0 \varepsilon_d V_{DC} \quad (2.51)$$

On peut séparer cette fonction de transfert en deux termes qui correspondent respectivement à la fonction de transfert mécanique du résonateur du modèle équivalent, et à l'efficacité de transduction de la couche diélectrique.

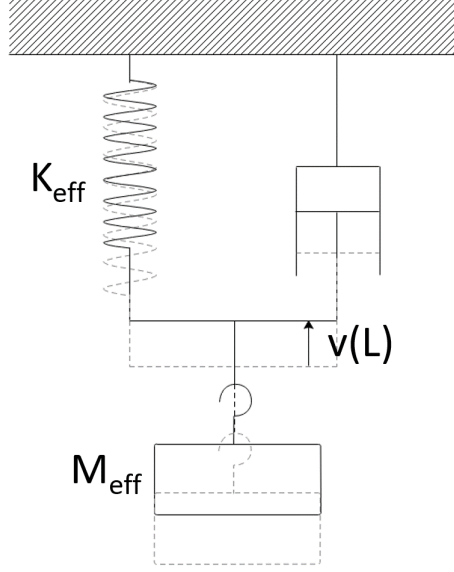


FIGURE 2.7 – Modèle réduit équivalent de la vibration d'un levier en résonance. L'amplitude du mouvement de la masse équivalente est égale à celle de l'extrémité de la poutre, et les paramètres effectifs correspondent à un mode de résonance donné.

L'amplitude du mouvement de l'extrémité de la poutre au premier mode de résonance ($\Omega = \omega_1$) est alors :

$$A(f_{res})_1 = |H(\omega_1)|V_{AC} = 0.68 \frac{Q_1}{M_{eff}\omega_1^2} \frac{we}{Lh} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \varepsilon_0 \varepsilon_d V_{DC} V_{AC} \quad (2.52)$$

En introduisant la raideur effective, $K_{eff} = M_{eff}\omega^2$, l'amplitude à la résonance du premier mode de vibration en $x = L$ est donc :

$$A(f_{res}) = 0.68 \frac{Q}{K_{eff}} \frac{we}{Lh} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \varepsilon_0 \varepsilon_d |V_{DC}| V_{AC} \quad (2.53)$$

2.3 Etude de la détection

Les déformations de la couche diélectrique provoquées par le mouvement du cantilever modifient sa capacité. Une charge supplémentaire, dite « charge motionnelle » est alors induite. On peut écrire celle-ci comme la différence

entre la charge du dispositif en vibration et la charge qu'il aurait à l'équilibre statique :

$$\mathcal{Q}_m = \int_0^L \varepsilon_0 \varepsilon_d (V_{AC} + V_{DC}) \frac{w(1 + S_1)dx}{h(1 + S_3)} - \varepsilon_0 \varepsilon_d (V_{AC} + V_{DC}) \frac{wL}{h} \quad (2.54)$$

Expérimentalement, pour soustraire le deuxième terme au signal et ne garder que la charge motionnelle, on utilise comme référence un cantilever qui ne vibre pas en résonance (*cf.* partie 4.2.1).

Avec $S_1 \ll 1$ et $S_2 \ll 1$, la composante de \mathcal{Q}_m représentative du mouvement mécanique à la résonance peut s'écrire :

$$\mathcal{Q} = \varepsilon_0 \varepsilon_d V_{DC} \frac{w}{h} \int_0^L (S_1 - S_3) dx \quad (2.55)$$

Avec (2.11) et (2.12), il vient :

$$S_3 = \frac{1}{E} \left(-\nu_d(1 + \nu_d)\sigma_1 + (1 - \nu_d^2)\sigma_3 \right) \quad (2.56)$$

En introduisant (2.13) et en négligeant le terme en σ_3 , S_3 s'écrit finalement :

$$S_3 = -\frac{\nu_d}{1 - \nu_d} S_1 \quad (2.57)$$

Avec (2.14), $v_1 = A_{res} \frac{\Phi_1}{2}$, $\mathcal{Q}(f_{res})$ s'écrit finalement :

$$\mathcal{Q} = \varepsilon_0 \varepsilon_d V_{DC} \frac{w}{h} \frac{1}{1 - \nu_d} \frac{A_{res}}{2} \int_0^L -z \frac{\partial^2 \Phi_1}{\partial x^2} dx \quad (2.58)$$

Avec $z = e/2$, et $\frac{\partial \Phi_1}{\partial x}(L) = -2.753/L$, $\mathcal{Q}(f_{res})$ s'écrit finalement :

$$\mathcal{Q}(f_{res}) = \frac{Q}{K_{eff}} \frac{\nu_d}{(1 - \nu_d)^2} \left[0.68 \frac{ew}{Lh} \varepsilon_0 \varepsilon_d V_{DC} \right]^2 V_{AC} \quad (2.59)$$

2.4 Efficacité de transduction

L'efficacité d'actionnement, χ_a , est définie comme le rapport entre la force effective modale appliquée sur la poutre par la couche diélectrique (la force

appliquée dans le modèle équivalent, projetée sur le mode étudié) et la tension appliquée à cette dernière. On la retrouve dans la fonction de transfert (2.51) :

$$\chi_a = \frac{1}{2} B \frac{\partial \Phi_i}{\partial x}(L) \times \frac{1}{V_{AC}} = 0.68 \frac{ew}{Lh} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \varepsilon_0 \varepsilon_d V_{DC} \quad (2.60)$$

L'efficacité de détection, χ_d , est définie comme le rapport entre la charge générée et le déplacement. Avec les expressions (2.59) et (2.53) des valeurs particulières de ces grandeurs à la résonance, on obtient :

$$\chi_d = \frac{Q}{A(f_{res})} = 0.68 \frac{ew}{Lh} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \varepsilon_0 \varepsilon_d V_{DC} \quad (2.61)$$

On constate que les efficacités d'actionnement et de détection sont identiques, ce qui est attendu puisque les effets mis en jeu pour l'actionnement et la détection sont réciproques.

2.5 Remarques sur l'utilisation d'un modèle éléments finis

En complément du modèle analytique présenté précédemment, un modèle basé sur des simulations multiphysiques par éléments finis (FEM) a aussi été mis en œuvre dans le cadre du stage de master de Khadim Daffe. Une analyse modale de cantilevers vibrants permet d'obtenir des fréquences de résonance pour différentes dimensions. Les deux modèles, analytique et FEM, sont en accord pour les longueurs relativement grandes, mais diffèrent pour les poutres plus courtes (environ 4% pour les poutres longues de 10 μm). Cet écart s'explique par l'hypothèse de longueur grande devant la largeur du modèle analytique qui ne se vérifie plus pour des tailles de l'ordre de 5 μm \times 10 μm . Cette différence reste acceptable, et le modèle analytique restera utilisé par la suite. Les simulations FEM multiphysiques ont également permis de mettre en évidence la génération de force et de charges par transduction diélectrique.

Chapitre 3

Conception, procédé de fabrication, caractérisation

La fabrication des poutres encastrées-libres et bi-encastrées se déroule en salle blanche au LAAS, ainsi qu'à l'IEMN pour certaines étapes du procédé. Des caractérisations mécaniques et électriques faites tout au long et après la mise en forme des structures permettent de connaître plus précisément les propriétés des matériaux utilisés et d'évaluer le comportement des dispositifs.

Sommaire

3.1	Conception des dispositifs	46
3.2	Procédé de fabrication	51
3.2.1	Délaquage	56
3.2.2	Libération des structures	56
3.3	Caractérisation du procédé et des structures . .	58
3.3.1	Matériaux	58
3.3.2	Caractéristiques électriques des composants	63
3.3.3	Structures	64
	Bibliographie	66

3.1 Conception des dispositifs

Pour démontrer le principe de l'actionnement et la détection diélectrique de NEMS en flexion, nous avons fait le choix d'une géométrie simple qui intègre des matériaux diélectriques à haute permittivité dans des dispositifs dont la fabrication collective est compatible avec les technologies sur silicium de micro-électronique classiques (MOS). Trois matériaux diélectriques ont été sélectionnés :

- le nitrure de silicium peu contraint (SiN_x), dont la stoechiométrie enrichie en silicium permet de diminuer les contraintes résiduelles, pour sa facilité de mise en œuvre (utilisation courante au laboratoire), et sa disponibilité au LAAS par dépôt chimique en phase vapeur et à basse pression (LPCVD) ;
- l'oxyde d'aluminium, ou alumine, (Al_2O_3), pour sa constante diélectrique le classant comme matériau à haute permittivité, et sa disponibilité au LAAS par dépôt de couches minces atomiques (ALD) ;
- et l'oxyde d'hafnium (HfO_2) pour sa constante diélectrique élevée (environ deux fois supérieure à celle de l'alumine) et sa disponibilité dans le réseau Rénatech (IEMN de Lille) par ALD.

Lors du procédé de dépôt de couche mince atomique (ALD), le substrat est exposé cycliquement à des gaz précurseurs chimiques qui s'adsorbent successivement sur sa surface pour former la couche d'oxyde : un organométallique (triméthylaluminium pour le dépôt d'alumine ou tetrakis(ethylmethyldamido)hafnium pour le dépôt d'oxyde d'hafnium) et un gaz oxydant (dioxygène ou eau). Ainsi, chaque cycle permet l'ajout d'une fraction de monocouche d'une grande pureté, et d'épaisseur quasi-uniforme sur des surfaces présentant de forts rapports d'aspect [1, 2].

Le tableau 3.1 résume certaines propriétés des matériaux choisis sous leur forme massive et en couches minces.

Dans le dispositif final et fonctionnel, deux électrodes sont nécessaires de part et d'autre de la couche diélectrique pour lui appliquer une différence de potentiel électrique. L'électrode supérieure est une couche de chrome de 20 nm d'épaisseur, alors que pour former l'électrode inférieure, le silicium structural du cantilever est fortement dopé en surface. Cela permet de limiter le nombre de couches de matériaux dans l'empilement formant la microstructure. Le schéma 3.1 présente la géométrie d'un dispositif encastré-libre.

La fabrication collective des puces est faite à partir de plaquettes de si-

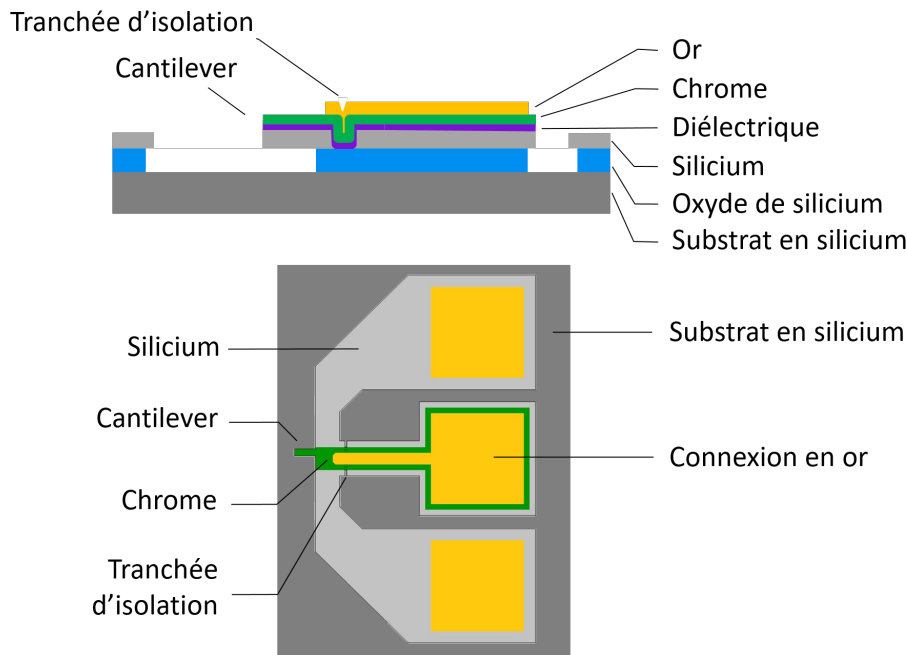


FIGURE 3.1 – Représentation schématique de la structure d'un cantilever vu de dessus (bas) et en section (haut).

licium sur isolant (Silicon On Isulator ou SOI). Elle se fait sur le principe d'empilement de couches (silicium, diélectrique, électrode) avant structuration par lithographie et gravure. Un wafer de 4 pouces (100 mm) de diamètre comprend une centaine de puces de $7 \times 8 \text{ mm}^2$. Chaque puce comporte des séries de leviers bi-encastés et encastés-libres, ainsi que des motifs de test conçus pour la réalisation de caractérisations électriques. Parmi ces motifs, on trouve des échelles de résistances qui permettent de mesurer la résistivité du silicium dopé, et des capacités circulaires qui permettent d'extraire la constante diélectrique de l'isolant. La figure 3.2 présente le layout d'une puce.

La largeur des leviers varie de 1 à $10 \text{ }\mu\text{m}$, alors que leur longueur varie 2 à $99 \text{ }\mu\text{m}$, (*cf.* tableau 3.2). Les motifs sont obtenus par photolithographie en projection (photo-répéteur UV stepper Canon *i-line* (365 nm)) avec un rapport de réduction de 5 entre les dimensions des motifs projetés et celles inscrites sur le masque. Cette technique permet d'avoir une résolution de 350 nm, avec une précision d'alignement de 30 nm entre les niveaux (alignement automatique). Mais la répétition apporte aussi une certaine flexibilité dans la réalisation des étapes technologiques. En effet, elle donne la possi-

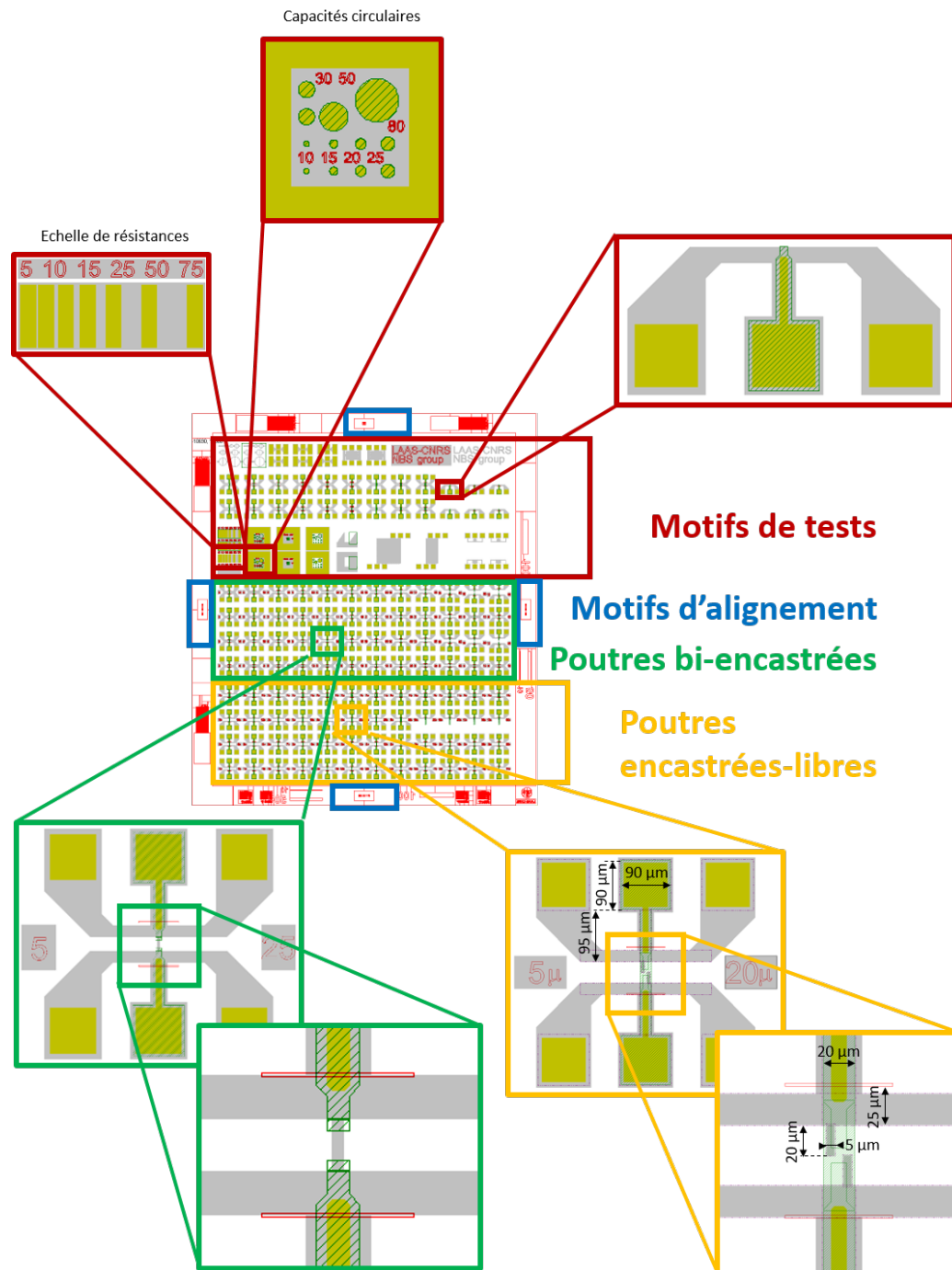


FIGURE 3.2 – Layout d'une puce de 7 mm × 8 mm.

TABEAU 3.1 – Valeurs des constantes des différents diélectriques utilisés. [1, 3, 4, 5, 6]

	SiN _x		Al ₂ O ₃		HfO ₂	
	Massif	LPCVD	Massif	ALD	Massif	ALD
Const. diélectrique relative ϵ_r	7.5	8.5	9	8.6	25	18 ± 2
Coefficient de Poisson ν	0.24	0.25 ± 2	0.23	N.D.	0.25	0.3 ± 0.08
Module de Young E (GPa)	≈ 300	200	380	220 ± 40		170 ± 70
Épaisseur h (nm)	/	15	/	19	/	18

TABLEAU 3.2 – Taille des poutres encastrées-libres et bi-encastrées présentes sur les masques de fabrication.

		Longueur des poutres encastrées-libres (μm)																			
		2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	14	16	18	20	25	30	50	60		
Largeur (μm)	1	•	•	•	•																
	1.5		•	•	•	•	•	•	•	•											
	2				•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	
	5									•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	
	10																•	•	•	•	
		Longueur des poutres bi-encastrées (μm)																			
		6	8	10	12	14	16	18	20	25	30	40	50	60	80	99					
Largeur (μm)	2	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•										
	5					•	•	•	•	•	•										
	10											•	•	•	•	•					

bilité d'insoler sélectivement certaines de puces, en laissant les autres protégées. Par exemple, il est possible de faire varier les paramètres d'une étape de structuration pour différentes puces d'un même wafer.

Pour réaliser une détection électrique de la vibration des leviers, il est primordial de réduire autant que possible les capacités parasites du système. Une partie importante de ces capacités parasites est liée à la capacité statique constituée par les surfaces en regard entre la ligne de signal et le silicium structural, sur laquelle s'applique la tension d'actionnement. Pour réduire cette dernière, avant le dépôt des autres couches, on grave une tranchée entre le silicium du cantilever et la couche structurale qui sert de support au plot de signal électrique. Ainsi, le potentiel électrique du support du plot devient flottant, et la surface de la capacité se réduit à la surface en amont de la tranchée. Cette opération permet de réduire la capacité statique de la structure d'environ 95%. Par exemple, pour une poutre encastree-libre de $5\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$, et une tranchée d'isolation placée à $25\text{ }\mu\text{m}$ de l'ancrage, la surface de cette capacité, initialement $10100\text{ }\mu\text{m}^2$, est réduite à $600\text{ }\mu\text{m}^2$, soit moins de 6% de sa valeur initiale. La capacité statique est donc réduite d'autant. Pour une épaisseur de 20 nm de nitrure de silicium, on réduit donc théoriquement la capacité de 38.0 pF à 2.26 pF.

Le profil des structures est défini par gravure humide du chrome, suivie d'une gravure ionique réactive (RIE) du diélectrique et du silicium. Un épaulement des pistes et contacts à l'or permet de réaliser les interconnexions électriques avec des pointes de test ou des micro-soudures. Enfin, l'oxyde de silicium enterré est gravé chimiquement pour libérer les structures.

3.2 Procédé de fabrication

Le procédé de fabrication comprend quatre à cinq niveaux de masques selon les variantes employées. Les étapes principales sont présentées dans le tableau 3.3. Il débute à partir d'un wafer SOI Si/SiO₂/Si (340 nm/1 μm /525 μm , Soitec) d'orientation (100), de type P et de diamètre 4 pouces.

Une oxydation thermique de 40 nm en surface permet de protéger le silicium pendant l'implantation ionique de bore localisée à l'interface. Après recuit d'activation, et retrait de l'oxyde thermique par gravure chimique à l'aide d'acide fluorhydrique (HF) dilué à 5%, on obtient un wafer SOI Si/SiO₂/Si (320 nm/1 μm /525 μm) dont la surface, très fortement dopée P,

est conductrice et servira d'électrode inférieure au contact du diélectrique.

Après une photolithographie *stepper* (résine ECI3012 1.1 μm), cette couche de silicium est gravée par RIE sur toute son épaisseur pour réaliser d'une part des marques d'alignement pour les photolithographies suivantes, et d'autre part les tranchées d'isolation qui séparent le silicium des cantilevers et le silicium structurel qui sert de support au plot de connexion de l'électrode supérieure.

Le dépôt de la couche diélectrique se fait par technique LPCVD pour le nitrure de silicium (20 nm), et ALD pour l'alumine (15 nm) et l'oxyde d'hafnium (18 nm). Il est suivi du dépôt d'une couche de chrome par pulvérisation cathodique (20 nm).

Une étape de photolithographie (résine ECI3012 1.1 μm), de gravure humide du chrome, et de gravure RIE du diélectrique permet ensuite de définir le motif de l'électrode supérieure avec sa piste de contact.

Après une photolithographie des motifs des cantilevers et pistes de silicium (résine ECI3012 1.1 μm), l'empilement Si/diélectrique/Cr est gravé de la même manière. (gravure chimique du chrome, gravure RIE du diélectrique et du silicium).

Afin d'épaissir les contacts électriques, une résine négative (AZ NLOF2035 2.5 μm) est ensuite utilisée pour faire un *lift-off* de chrome/or (50 nm/250 nm), déposé par pulvérisation cathodique. Ces contacts sont ensuite recuits pour améliorer leur ohmicité.

La dernière étape, celle de la libération des structures par gravure chimique de l'oxyde sacrificiel, se fait par gravure humide pour les dispositifs utilisant le nitrure de silicium comme matériau diélectrique (solution de HF tamponné après la photolithographie d'un motif de protection) et par gravure à l'acide fluorhydrique en phase vapeur pour les autres matériaux. Des détails quant aux procédés choisis pour cette étape délicate sont apportés dans le paragraphe 3.2.2. La figure 3.3 présente des images de dispositifs après fabrication.

Les puces ainsi fabriquées sont découpées et certaines sont montées et micro-soudées sur un circuit imprimé en polyimide pour réaliser les expériences d'actionnement et de détection électrique sous vide. Certains aspects et points critiques des procédés de fabrication sont discutés dans les paragraphes suivants.

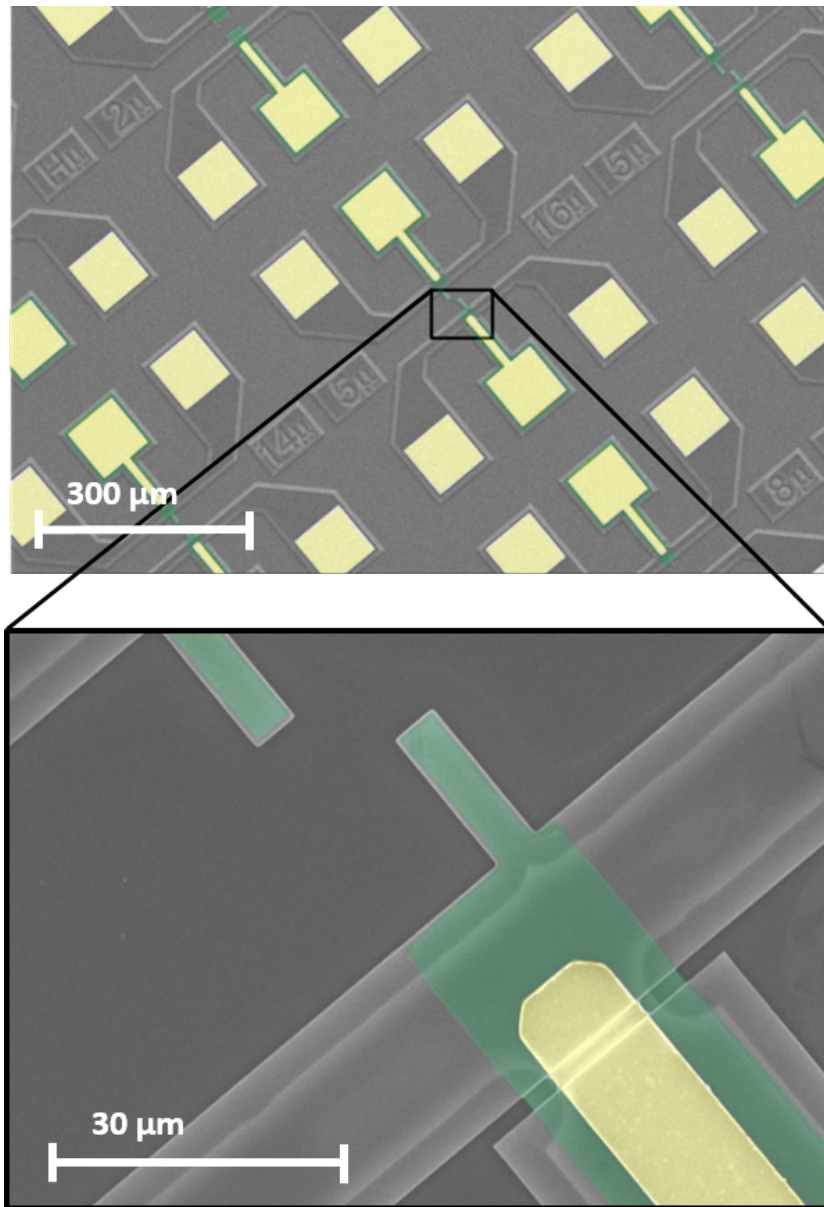
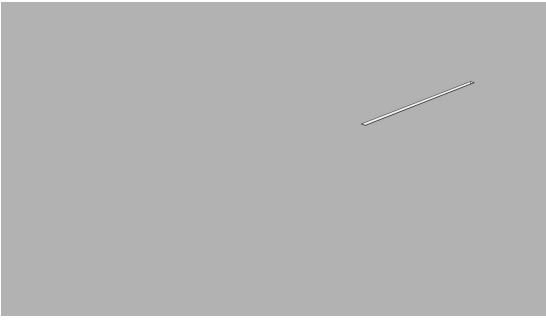
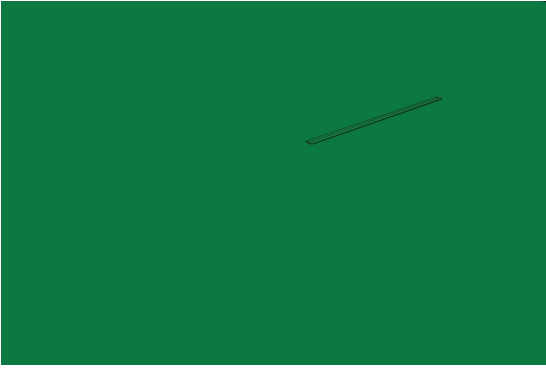
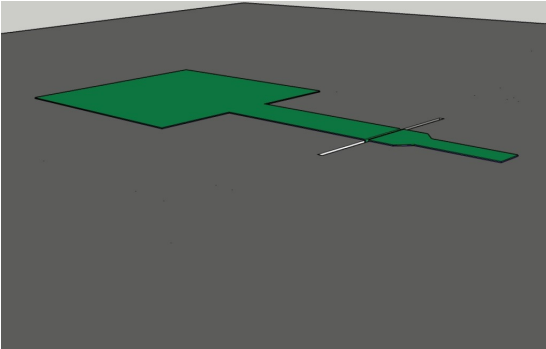
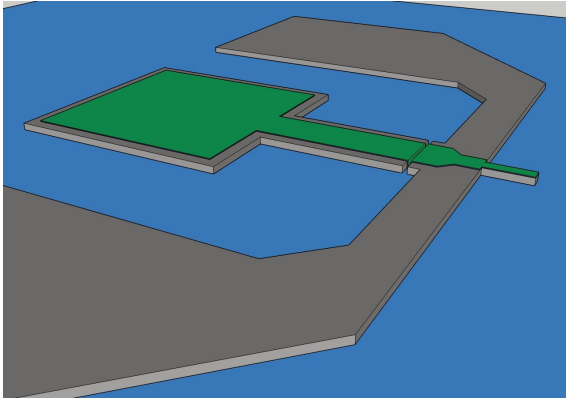


FIGURE 3.3 – Images des dispositifs fabriqués obtenues au microscope électronique à balayage (MEB).

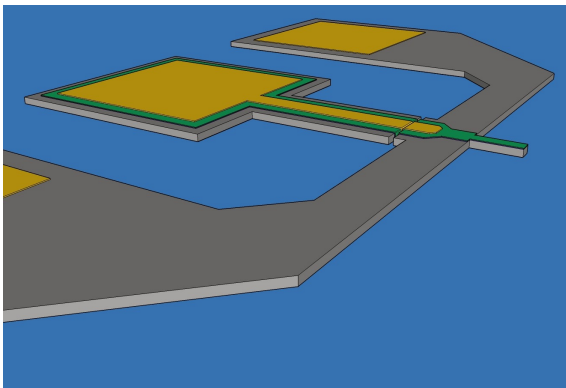
TABLEAU 3.3 – Présentation schématique des étapes de fabrication des leviers à transduction diélectrique.

	<p>Gravure de la tranchée d'isolation après oxydation de la surface, implantation ionique, et désoxydation du wafer SOI $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Si}$.</p>
	<p>Dépôt des couches de diélectrique et de chrome.</p>
	<p>Structuration de la surface de l'électrode supérieure.</p>

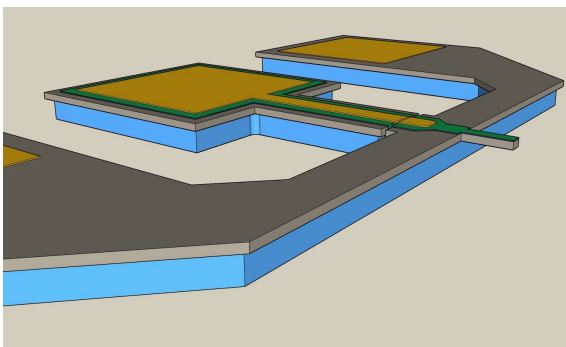
3.2. Procédé de fabrication



Structuration des motifs des cantilevers et des connexions.



Épaississement des contacts.



Gravure de l'oxyde de silicium enterré pour la libération des structures vibrantes.

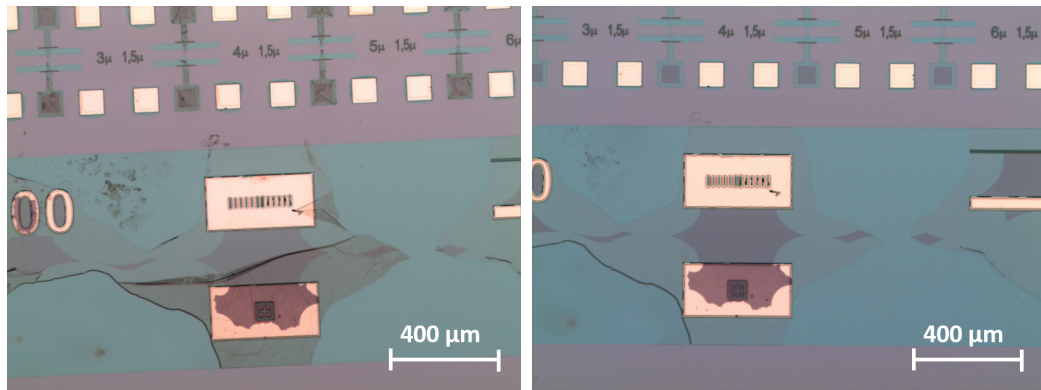


FIGURE 3.4 – Images optiques de résidus de résine ECI3012 sur les motifs d’alignement après photolithographie et dérésinage avec de l’acétone puis du remover PG (à gauche) et de l’UV Ozone (à droite).

3.2.1 Délaquage

Généralement, après une photolithographie et une gravure, la résine est retirée avec des solvants (par exemple l’acétone), et éventuellement à l’aide d’un plasma oxygène dans un délaqueur micro-onde. Dans le cas de notre dispositif, la résine ayant subi une gravure humide et une gravure plasma ne se dissolvait plus totalement dans l’acétone. A partir de la deuxième photolithographie, des surfaces de chrome sont exposées, et il n’est alors plus possible d’utiliser de plasma oxygène, puisque qu’une réaction de gravure aurait lieu. Après des essais de délaquage avec des solvants (acétone, Diméthylsulfoxyde (DMSO), remover PG) et des expositions à de l’ozone généré par rayonnement ultra-violet (fig. 3.4), il a été choisi d’utiliser successivement de l’acétone et une solution piranha (mélange égal d’acide sulfurique et de peroxyde d’hydrogène à 80°C) pour retirer les résidus de résine de la surface du wafer. Ce mode de nettoyage a été maintenu dans les procédés ultérieurs pour éviter les masquages parasites dus aux résidus lors des gravures.

3.2.2 Libération des structures

La libération, dernière étape du procédé avant la découpe des puces, est une opération délicate qui, par une gravure sélective de l’oxyde de silicium enterré, apporte la liberté mécanique nécessaire au fonctionnement des structures vibrantes. Cette gravure était initialement prévue par voie humide, en

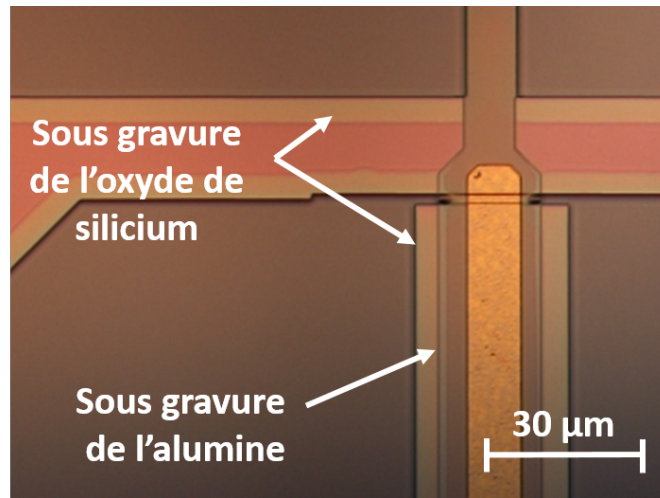


FIGURE 3.5 – Image optique d'un dispositif libéré en gravure humide. On remarque en transparence la sous gravure attendue de l'oxyde de silicium enterré, mais aussi la sous gravure de l'alumine.

utilisant une solution d'acide fluorhydrique. Les dispositifs comportant du nitrure de silicium ont donc été protégés par un masque de résine ECI3012, pour être ensuite gravés avec une solution de HF tamponné (mélange de 7 volumes d'acide fluorhydrique pour un volume de fluorure d'ammonium). La réussite de la libération avec cette méthode est conditionnée par la faible vitesse de gravure du nitrure de silicium par l'acide fluorhydrique (quelques nanomètres par minute). Les premiers dispositifs au nitrure ont ainsi pu être libérés de manière exploitable. Mais cela n'a pas été le cas des dispositifs contenant de l'alumine. Les premières structures libérées utilisant ce diélectrique ont montré une sous-gravure de l'alumine, entraînant des court-circuits entre la couche de chrome de l'électrode supérieure et le silicium structural sur lequel elle s'est affaissée. (Figure 3.5) Sur les dispositifs avec alumine et oxyde d'hafnium, il a donc été choisi de graver l'oxyde de silicium enterré en HF phase vapeur à l'IEMN de Lille.

Dans ce procédé qui utilise un mélange de vapeurs d'acide fluorhydrique et d'alcool en phase anhydre, le mécanisme de réaction est plus sélectif que pour une gravure en solution aqueuse où des processus d'oxydation entrent en jeu. La gravure se fait dans une enceinte à basse pression (*Primaxx µEtch*, SPTS Technologies), et comporte plusieurs cycles d'exposition aux gaz et de pompage pour permettre de contrôler finement l'atmosphère de l'enceinte et d'évacuer l'eau, qui est un produit de la réaction de gravure de l'oxyde de silicium.

3.3 Caractérisation du procédé et des structures

Pour connaître plus précisément les propriétés des films minces déposés, les matériaux utilisés sont caractérisés. Des mesures complémentaires permettent d'évaluer les comportements électrique et mécanique des dispositifs, et de préciser les modèles.

3.3.1 Matériaux

Les propriétés des matériaux en couches minces diffèrent de celles des matériaux massifs et nécessitent d'être caractérisées. En effet, l'efficacité de la transduction dépendra directement de la pression électrostatique exercée sur la couche de diélectrique. L'épaisseur, la constante diélectrique relative, mais aussi la tension de claquage de la couche sont donc des paramètres importants, mesurés au cours de ces travaux. Les caractéristiques mécaniques de la couche (coefficient de Poisson, et module de Young) sont aussi primordiales puisqu'elles traduisent la capacité à convertir l'effort transversal en allongement. Ces propriétés, couramment mesurées par nano-indentation [7] ou gonflement de membrane peuvent aussi être évaluées par des techniques d'acoustique picoseconde [8]. Cependant, les contraintes liées à la mise en œuvre de ces techniques nous amènent à utiliser des valeurs issues de la littérature.

Épaisseur des couches déposées

Après le dépôt des couches diélectriques, leur épaisseur est mesurée par ellipsométrie spectroscopique (ellipsomètre *Uvisel* de Horiba Jobin Yvon). Cette technique non destructive de caractérisation optique exploite les changements de polarisation après réflexion de la lumière sur la surface et aux interfaces entre les couches [9]. Les résultats sont donnés avec une précision au nanomètre, ce qui pour une épaisseur de 15 nm représente une erreur de près de 7%. Les mesures d'épaisseur de chrome sont réalisées au profilomètre mécanique (KLA-Tencor P16+). Les résultats de ces mesures sont présentés dans le tableau 3.4.

TABLEAU 3.4 – Épaisseurs des matériaux déposés au cours du procédé de fabrication.

	SiN _x	Al ₂ O ₃	HfO ₂	Cr
Épaisseur h (nm)	15	19	18	20

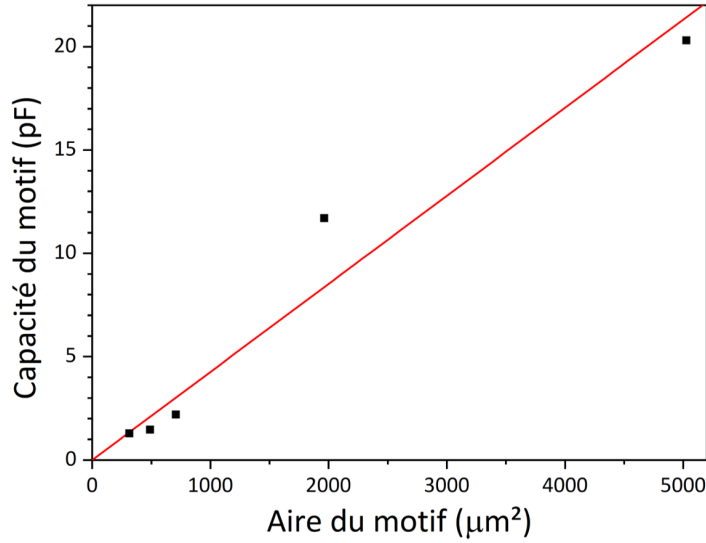


FIGURE 3.6 – Capacité mesurée C en fonction de l'aire du disque S . Un ajustement linéaire des points de mesure donne une pente de $4,26 \cdot 10^{-6} \text{ pF}/\mu\text{m}^2$, ce qui, pour une épaisseur de diélectrique de 15 nm, conduit à une constante diélectrique relative égale à 7,2.

Permittivités relatives des diélectriques

Les motifs en forme de capacités circulaires présentés figure 3.2, ont été conçus pour pouvoir déduire la permittivité diélectrique relative des couches à partir des mesures de leurs capacités C et de l'épaisseur du diélectrique h :

$$\varepsilon_d = \frac{C}{\varepsilon_0 S} \cdot h \quad (3.1)$$

La figure 3.6 présente un exemple de mesure de capacité de motifs intégrant du nitrure de silicium. Le manque de précision des épaisseurs de diélectrique ont parfois rendu les résultats assez imprécis. On gardera par la suite les valeurs présentées tableau 3.1 et reprises dans le tableau 3.5.

TABLEAU 3.5 – Permittivités des diélectriques utilisés.

	SiN _x	Al ₂ O ₃	HfO ₂
Const. diélectrique relative ϵ_r	8.5	8.6	18 ± 2

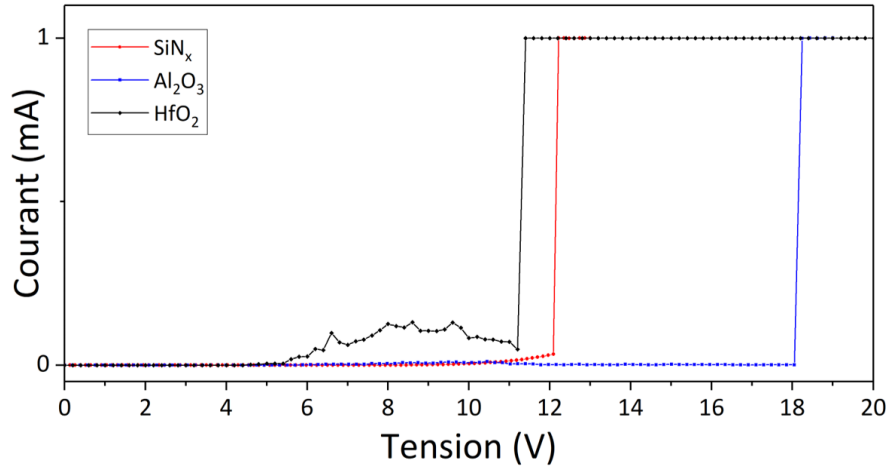


FIGURE 3.7 – Exemples de résultats obtenus lors de la mesure du courant en fonction de la tension appliquée aux couches diélectriques. Le claquage survient ici pour une tension de 12,1 V pour le nitrure de silicium, 18,1 V pour l'alumine, et 11,2 V pour l'oxyde d'hafnium.

Tensions de claquage

Pour obtenir une transduction efficace, il est nécessaire de pouvoir amener des charges sur les armatures, donc de polariser le dispositif avec une tension continue de l'ordre de quelques volts sans risquer de défaillance par claquage de la couche diélectrique. La mesure du courant en fonction de la tension appliquée au diélectrique sur n'importe quel motif, fait apparaître la tension de claquage. La figure 3.7 présente trois exemples de courbe caractéristique obtenue. On remarque que des fuites apparaissent dans l'oxyde d'hafnium avant le claquage. Les valeurs de tension de claquage mesurées et de rigidité diélectrique correspondantes pour chaque matériau sont rapportées dans le tableau 3.6. La valeur de la rigidité diélectrique de l'oxyde d'hafnium est inférieure aux valeurs rapportées dans la littérature (8.5 MV/cm [10]).

TABLEAU 3.6 – Tensions de claquage et rigidité diélectrique correspondante des diélectriques déposés au cours du procédé de fabrication.

	SiN _x	Al ₂ O ₃	HfO ₂
Tension de claquage (V)	12	18	11
Rigidité diélectrique (MV/cm)	8.0	9.5	6.1

Contraintes mécaniques dans les couches

Des imperfections dans la maille cristalline ou des différences de coefficients de dilatation thermique entre matériau déposé et substrat peuvent générer des contraintes résiduelles dans les couches [11]. Ces contraintes ont pour conséquence une déflexion des structures encastrées-libres et peuvent mener à des défaillances par craquelure ou délaminage de la couche. Des mesures de profilométrie mécanique (profilomètre KLA-Tencor P16+) permettent de calculer la contrainte résiduelle des couches déposées [12]. Une pointe parcourt un diamètre de la plaquette, et en mesure la flèche, et la même opération est répétée après le dépôt de la couche. La différence entre les deux profils est ensuite ajustée pour extraire un rayon de courbure. Ces résultats sont ensuite utilisés pour calculer la contrainte moyenne dans le film à partir de la formule de Stoney :

$$\sigma = \frac{E_{Si}}{1 - \nu_{Si}} \frac{e^2}{6h} \left(\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \quad (3.2)$$

où σ est la contrainte dans le film déposé, E_{Si} , ν_{Si} , et e sont respectivement le module de Young, le coefficient de Poisson, et l'épaisseur du substrat en silicium, h est l'épaisseur de la couche déposée, et R_1 et R_2 sont les rayons de courbure mesurés respectivement avant et après le dépôt.

La figure 3.8 présente les profils d'une plaque avant et après dépôt d'une couche de chrome à sa surface. Les valeurs de contrainte obtenues pour chaque couche sont présentées dans le tableau 3.7. Toutes les contraintes sont en tension, et on remarque que la contribution principale à la contrainte vient de la couche de chrome déposée par pulvérisation cathodique (680 MPa). Sa valeur reste cependant relativement faible, et après libération des structures, on observe une légère déflexion vers le haut des poutres encastrée-libres. Cet effet n'est pas problématique pour les mesures, et, au contraire, il permet de limiter le collage des structures sur le substrat.

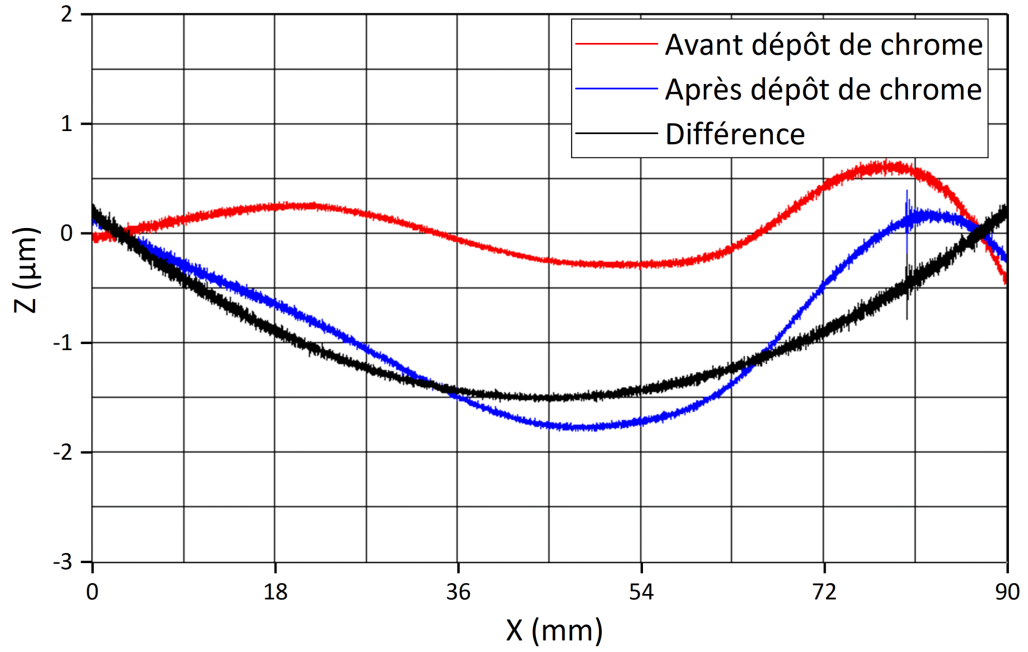


FIGURE 3.8 – Profil d’une plaque avant et après un dépôt de chrome. La contrainte est ici en tension.

TABLEAU 3.7 – Contraintes résiduelles des matériaux déposés au cours du procédé de fabrication.

	SiN _x	Al ₂ O ₃	HfO ₂	Cr
Contrainte (MPa)	60	10-300	250	680

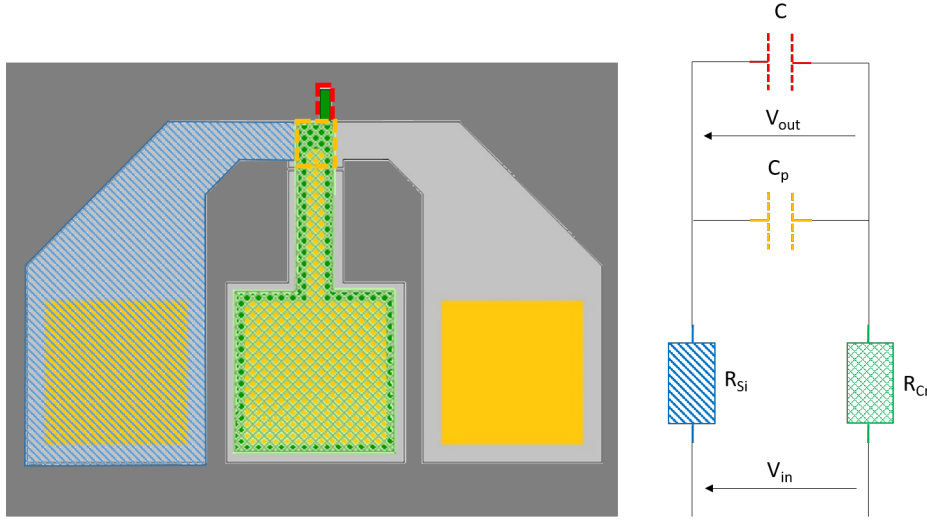


FIGURE 3.9 – Schéma électrique équivalent au dispositif, les pistes de silicium dopé et de chrome forment des résistances d'accès au cantilever, tandis que la zone située entre la tranchée d'isolation et le cantilever (entourée en jaune) forme une capacité notée ici C_p .

3.3.2 Caractéristiques électriques des composants

Les mesures de capacité complétées par des caractérisations de résistance faites sur les dispositifs, permettent de construire un schéma électrique équivalent des structures. La figure 3.9 présente les correspondances entre les différentes parties des composants et leur équivalent électrique.

Les pistes d'accès au cantilever s'apparentent à un circuit RC. Les résistances de ces pistes de silicium et de chrome (R_{Si} et R_{Cr}) sont de l'ordre de 5 k Ω et 1 k Ω respectivement tandis que la capacité en amont de la structure vibrante (C_p) est de l'ordre du picofarad (1.6 pF par exemple pour une poutre encastrée libre de 5 μm \times 10 μm comportant du nitrure de silicium). On s'attend donc à ce que le dispositif se comporte comme un filtre passe bas dont la fréquence de coupure est d'environ 16 MHz. Les fréquences de résonance des dispositifs fabriqués n'excèdent pas quelques mégahertz et sont donc largement inférieures à la fréquence de coupure. La valeur de la tension appliquée au dispositif complet (V_{in}) est donc celle qui est effectivement appliquée à l'actionneur diélectrique (V_{out}).

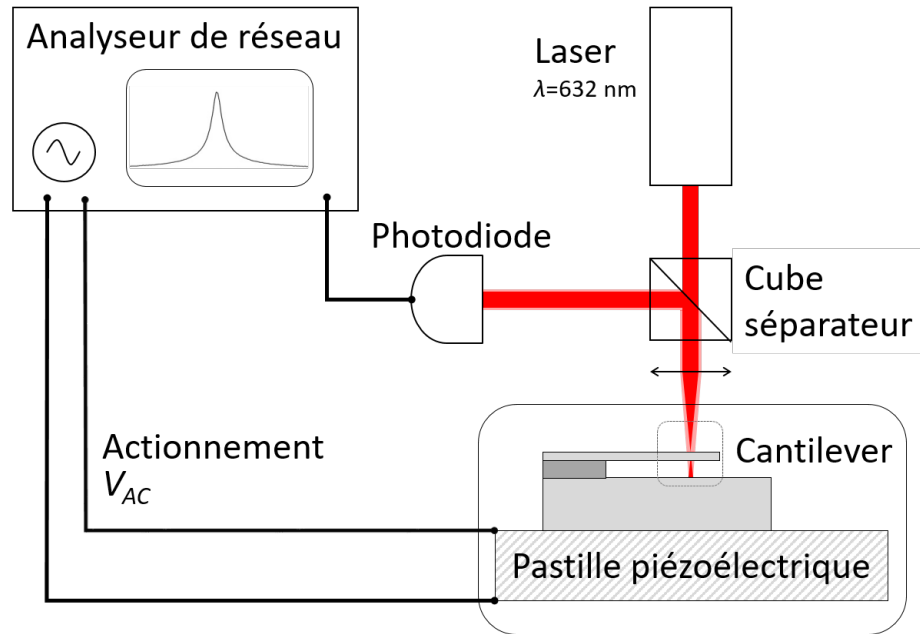


FIGURE 3.10 – Banc de mesure utilisé pour les premières caractérisations mécaniques. Le dispositif est mis en vibration par la pastille piézoélectrique sur laquelle il est fixé, et la détection se fait optiquement, à l’aide d’un laser.

3.3.3 Structures

Avant d’étudier l’actionnement diélectrique, des caractérisations préliminaires ont été mises en œuvre pour vérifier les propriétés mécaniques des leviers. Pour cela, on utilise un banc de mesure composé d’une chambre sous vide, dans laquelle est placé un support piézoélectrique, d’un analyseur de réseau, et d’un système de mesure du déplacement du levier par interférométrie laser. Ce dernier est décrit plus précisément dans la partie 4.1.1. La puce étudiée est mise en vibration par contact avec la pastille piézoélectrique sur laquelle elle est collée. La figure 3.10 représente le banc de mesure utilisé.

Un balayage en fréquence de la vibration de la pastille piézoélectrique permet d’étudier la réponse fréquentielle de la vibration mécanique des microstructures. La figure 3.11 représente un exemple de spectre obtenu avec un cantilever mesurant $5\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$ dont la couche diélectrique est en nitrure de silicium. On y remarque deux pics correspondants aux deux premiers modes de résonance. En théorie, le rapport entre leurs fréquences devrait être égal au rapport entre λ_2^2 et λ_1^2 , c’est-à-dire 6,27. Expérimentalement, il est égal à 6,1. Ce résultat est cohérent et la différence représente moins de 3%,

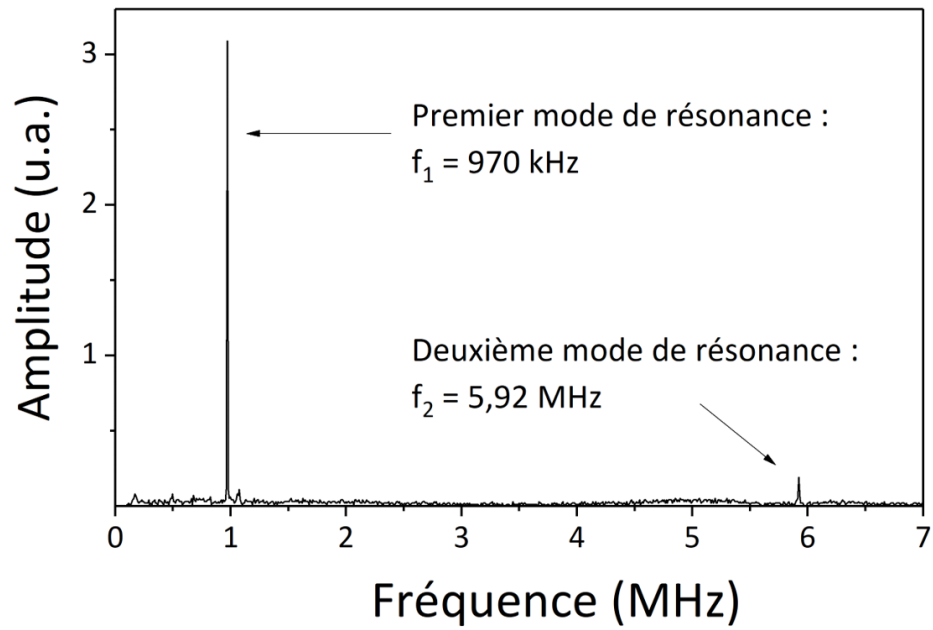


FIGURE 3.11 – Exemple de spectre en amplitude de la vibration d’un cantilever. On y distingue les deux premiers modes de résonance en flexion respectivement à 970 kHz et 5.92 MHz.

ce qui peut s’expliquer par des imperfections géométriques du cantilever par rapport à la poutre encastree-libre théorique. Par la suite, on s’intéressera uniquement au mode fondamental.

Bibliographie

- [1] A. Lale. *Développement de transistors à effet de champ à base de nanofils de silicium pour la détection en phase liquide*. PhD thesis, Université de Toulouse 3 Paul Sabatier, 2017.
- [2] J. W. Elam, D. Routkevitch, P. P. Mardilovich, and S. M. George. Conformal coating on ultrahigh-aspect-ratio nanopores of anodic alumina by atomic layer deposition. *Chemistry of Materials*, 15(18) :3507–3517, 2003.
- [3] H. O. Pierson. *Handbook of chemical vapor deposition (CVD)*. William Andrew Publishing, second edition, 1992.
- [4] K. Tapily, J. E. Jakes, D. S. Stone, P. Shrestha, D. Gu, H. Baumgart, and A.A. Elmustafa. Nanoindentation investigation of HfO₂ and Al₂O₃ films grown by atomic layer deposition. *Journal of the Electrochemical Society*, 155, 2008.
- [5] S. Gieraltowska, D. Sztenkiel, E. Guziewicz, M. Godlewski, G. Luka, B. S. Witkowski, L. Wachnicki, E. Lusakowska, T. Dietl, and M. Sawicki. Properties and characterization of ALD grown dielectric oxides for MIS structures. *Acta Physica Polonica A*, 2011.
- [6] J. Zizka, S. King, A. G. Every, and R. Sooryakumar. Mechanical properties of low- and high-k dielectric thin films : A surface brillouin light scattering study. *Journal of Applied Physics*, 119, 2016.
- [7] H. Li and J. J. Vlassak. Determining the elastic modulus and hardness of an ultra-thin film on a substrate using nanoindentation. *Journal of Materials Research*, 24(3) :1114–1126, 2009.
- [8] F. Casset. *Caractérisation par acoustique picoseconde des propriétés mécaniques du PZT déposé en couches minces pour des applications MEMS*. Theses, Université Lille 1, June 2014.
- [9] F. Bernoux, J.-P. Piel, B. Castellon, C. Defranoux, J.-H. Lecat, P. Boher, and J.-L. Stehlé. Ellipsométrie théorie. *Techniques de l'ingénieur Métrologie optique et photonique*, base documentaire : TIB143DUO.(ref. article : r6490), 2003. fre.
- [10] L. Kang, B. H. Lee, W.-J. Qi, Y. Jeon, R. Nieh, S. Gopalan, K. Onishi, and J. C. Lee. Electrical characteristics of highly reliable ultrathin hafnium oxide gate dielectric. *IEEE Electron Device Letters*, 21(4) :181–183, April 2000.

- [11] G. Krautheim, T. Hecht, S. Jakschik, U. Schröder, and W. Zahn. Mechanical stress in ald-al₂o₃ films. *Applied Surface Science*, 252(1) :200 – 204, 2005. 13th Applied Surface Analysis Workshop.
- [12] H. Isselé. *Mechanical characterization and modeling of thin films for processing of microelectronic devices - application to the field of 3D integration*. Theses, Université de Grenoble, February 2014.

Chapitre 4

Étude expérimentale de la transduction diélectrique

Pour démontrer les capacités des couches diélectriques pour la transduction de MEMS vibrants en flexion, l'actionnement est dans un premier temps étudié, associé à une détection optique de la vibration. On s'intéresse ensuite à l'association entre un actionnement diélectrique et une détection capacitive intégrée. Enfin, les performances de tels dispositifs sont discutées en vue d'une application de détection biochimique.

Sommaire

4.1	Actionnement	70
4.1.1	Mesures en détection optique	70
4.1.2	Résultats	76
4.2	Actionnement et détection simultanés	81
4.2.1	Détection capacitive de la vibration	81
4.2.2	Résultats	84
4.3	Vers une application capteur	87
4.3.1	Sensibilité	87
4.3.2	Stabilité de la mesure	88
4.3.3	Résolution - limite de détection	89
4.4	Une perspective de mesure : la technique de mixage de fréquences	90
	Bibliographie	93

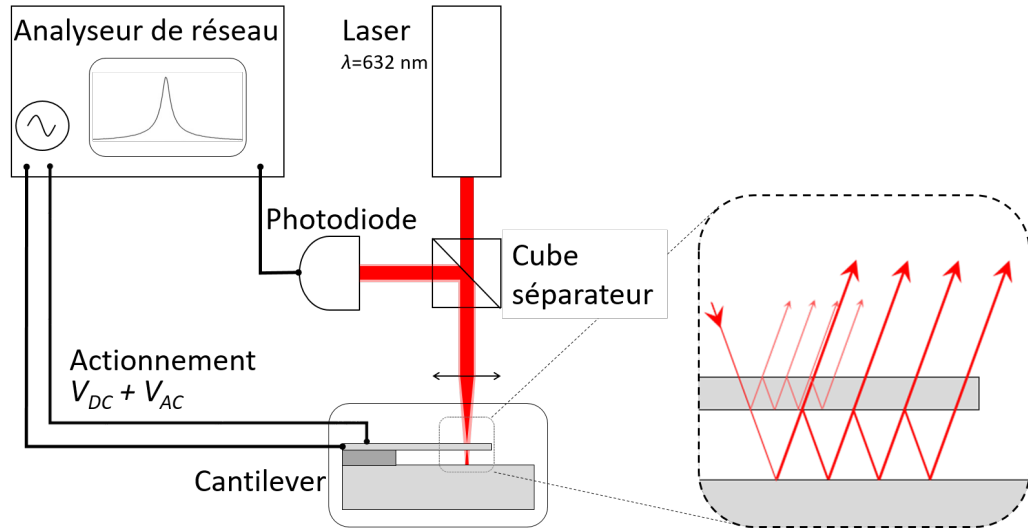


FIGURE 4.1 – Banc de mesure optique de la réponse fréquentielle du résonateur, et zoom sur les réflexions du faisceau sur les deux surfaces. Les rayons, d'incidence normale, sont représentés obliques pour plus de clarté.

4.1 Actionnement

4.1.1 Mesures en détection optique

Présentation du banc de test

Dans un premier temps, pour mettre en évidence expérimentalement l'actionnement diélectrique, nous avons choisi une détection externe pour la mesure du déplacement des leviers par interférométrie laser. On recherche le premier mode de résonance en flexion de la poutre pour s'assurer d'observer la signature d'un mouvement mécanique. La figure 4.1 représente le banc de mesure utilisé. Toutes les mesures ont été effectuées à température ambiante, sous vide primaire. L'actionnement sous vide permet en effet de réduire les pertes liées à l'amortissement visqueux de l'air, et ainsi d'observer la résonance dans de meilleures conditions puisque l'amplitude de vibration sera exaltée par un coefficient de qualité plus élevé.

L'actionnement est réalisé en superposant une tension alternative V_{AC} , et une tension de polarisation continue V_{DC} . Comme discuté dans la partie 2.2, à la résonance, cette configuration doit conduire à une amplitude de vibration

$A(f_{res})$ qui s'écrit sous la forme :

$$A(f_{res}) = 0.68 \frac{Q}{K_{eff}} \frac{ew}{L} \frac{\epsilon_0 \epsilon_d}{t} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} V_{DC} V_{AC} \quad (4.1)$$

avec Q , le facteur de qualité, $\epsilon_0 \epsilon_d$ et h respectivement la permittivité et l'épaisseur de la couche diélectrique, ν_d respectivement le coefficient de Poisson du silicium, et e , w , et K_{eff} , respectivement l'épaisseur, la largeur et la raideur effective de la poutre.

Pour la détection, un laser est focalisé sur l'extrémité du cantilever, semi-transparent, étant donné son épaisseur. Celui-ci formant une cavité Fabry-Perot avec le substrat, les interférences entre les multiples réflexions du laser sur ces deux surfaces sont donc modulées par le déplacement du cantilever, puisqu'elles modifient la longueur de la cavité optique. Sous certaines conditions, l'amplitude des variations d'intensité du faisceau réfléchi sont alors proportionnelles à l'amplitude de la vibration du cantilever. Le signal mesuré par une photodiode est ensuite analysé en fonction de la fréquence de V_{AC} . Cette technique est couramment utilisée pour la détection de MEMS vibrants [1], et permet d'accéder à des spectres de résonance mécanique du cantilever.

Cependant, elle ne permet d'accéder qu'à des mesures relatives de l'amplitude de vibration, et une calibration est nécessaire pour accéder à des valeurs absolues. D'autre part, il faut aussi s'assurer d'être dans les conditions de linéarité de la transduction optique.

Il y a de nombreuses réflexions au sein du système. On ne s'intéresse ici qu'à la partie du signal optique modulé par la distance entre le cantilever et le substrat, c'est-à-dire aux réflexions à l'intérieur de la cavité (En gras sur le zoom de la figure 4.1). Les réflexions sur le cantilever, qui ne pénètrent pas dans la cavité, ajoutent à l'intensité lumineuse reçue un fond continu, qui sera filtré au niveau de la sortie AC de la photodiode. L'éclairement est alors de la forme suivante [2] :

$$\mathcal{E} = \mathcal{E}_C + \frac{\mathcal{E}_M}{1 + \frac{4R}{(1-R)^2} \sin^2\left(\frac{2\pi e}{\lambda}\right)} \quad (4.2)$$

avec \mathcal{E}_C le fond continu dû aux réflexions externes à la cavité, \mathcal{E}_M le maximum d'éclairement ajouté à \mathcal{E}_C , e l'épaisseur de la cavité, et λ la longueur d'onde du laser (632 nm). Avec $n_{Si} = 3.48$, l'indice optique du silicium, on a un coefficient de réflexion en intensité modeste :

$$R = \left(\frac{1 - n_{Si}}{1 + n_{Si}} \right)^2 = 0.306 \quad (4.3)$$

Les pics d'interférence en fonction de l'épaisseur de la cavité sont donc larges par rapport à la longueur d'onde, comme on peut le voir sur la figure 4.2.

On appelle Δe la largeur des pics à $\mathcal{E} = \mathcal{E}_C + \mathcal{E}_M/2$. On a cette valeur d'éclairement pour :

$$\frac{4R}{(1-R)^2} \sin^2\left(\frac{2\pi \frac{\Delta e}{2}}{\lambda}\right) = 1 \quad (4.4)$$

D'où :

$$\Delta e = \frac{\lambda}{\pi} \arcsin\left(\frac{1-R}{2\sqrt{R}}\right) \quad (4.5)$$

On définit alors la finesse \mathcal{F} de l'interféromètre comme $\mathcal{F} = \frac{\lambda/2}{\Delta e}$, et on obtient :

$$\mathcal{F} = \frac{\pi}{2 \arcsin\left(\frac{1-R}{2\sqrt{R}}\right)} = 2.3 \quad (4.6)$$

Donc l'interféromètre a une finesse, $\mathcal{F} = 2.3$, suffisamment basse pour que la zone de quasi-linéarité corresponde à des déplacements d'au mieux 70 nm d'amplitude environ. La figure 4.2 met en évidence la correspondance entre l'épaisseur de l'oxyde sacrificiel utilisé (1 μm) et une zone de quasi-linéarité de l'éclairement en fonction de l'épaisseur. On peut donc considérer que les conditions de proportionnalité entre l'intensité du faisceau réfléchi et l'amplitude de la vibration du cantilever sont vérifiées pour des déplacements de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres.

Spectres de résonance obtenus

Un balayage en fréquence de V_{AC} au voisinage de la fréquence attendue du premier mode de résonance en flexion, permet d'étudier la réponse fréquentielle de la vibration mécanique. La figure 4.3 représente un exemple de spectre obtenu à une pression de 7 Pa avec un cantilever de $5 \times 18 \mu\text{m}$ dont la couche diélectrique est en nitrure de silicium. L'amplitude (en haut) prend la forme d'une lorentzienne alors que la phase (en bas) présente une rotation de 180° à la fréquence centrale, 1.177 MHz. L'ajustement des données sur un modèle lorentzien, permet d'extraire le facteur de qualité $Q = 2830$.

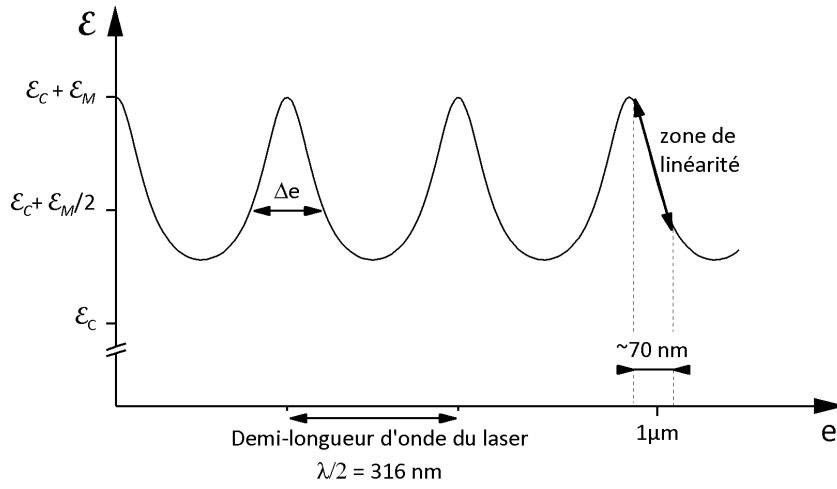


FIGURE 4.2 – L'intensité du faisceau réfléchi varie avec la distance e , entre le substrat et le cantilever. Pour une distance cantilever-substrat de $1\ \mu\text{m}$, on peut considérer la transduction optique comme linéaire pour des amplitudes de vibration de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres.

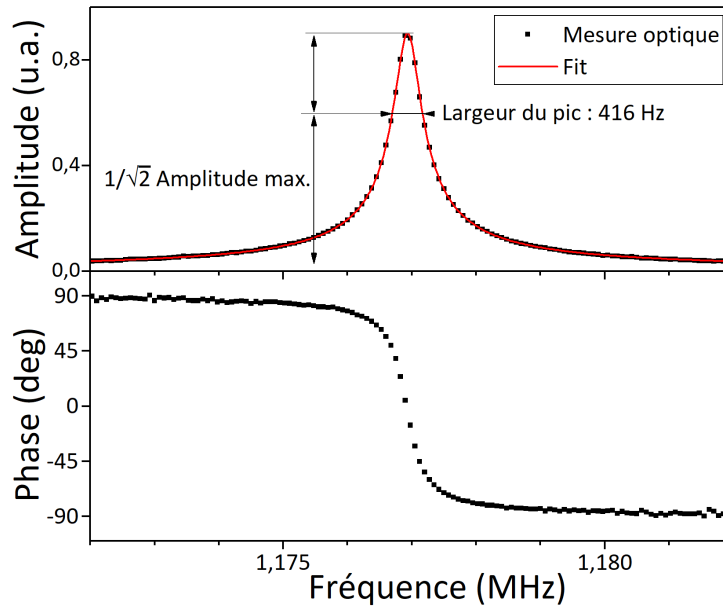


FIGURE 4.3 – Exemple de spectre ajusté par une lorentzienne, obtenu avec une poutre encastree-libre de $5\ \mu\text{m} \times 18\ \mu\text{m}$ (couche active en nitrure de silicium), actionnée avec $V_{DC} = 2\ \text{V}$ et $V_{AC} = 15\ \text{mV}$ appliqués à l'électrode supérieure. La fréquence de résonance obtenue est $1.177\ \text{MHz}$, et le facteur de qualité 2830.

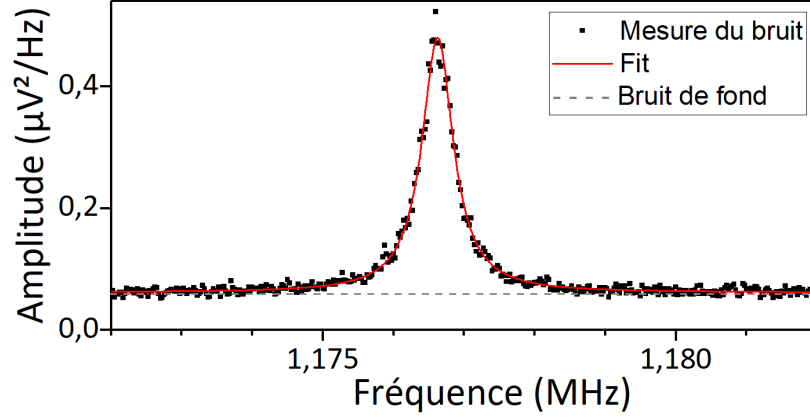


FIGURE 4.4 – Mesure ajustée par une Lorentzienne de la densité spectrale de bruit en régime libre, au voisinage de la fréquence de résonance d’une poutre encastrée-libre de $5\ \mu\text{m} \times 18\ \mu\text{m}$. L’amplitude obtenue est $A_{thermo}^{exp}(f_{res}) = 0.64\ \mu\text{V}/\text{Hz}^{1/2}$ avec $f_{res} = 1.177\ \text{MHz}$ et $Q = 2200$.

Calibration de la mesure d’amplitude de vibration par le mouvement brownien

A ce stade les mesures sont relatives, et ne permettent pas de connaître l’amplitude de la vibration alors que celle-ci donnerait accès à une estimation de l’efficacité de transduction du dispositif. Il paraît alors intéressant de calibrer le banc optique à l’aide de la mesure du bruit thermomécannique, ou mouvement Brownien, du cantilever [3]. Celui-ci correspond à l’agitation mécanique du levier liée à l’agitation thermique à température ambiante.

Pour cela, on analyse la densité spectrale du signal à la sortie de la photodiode, en l’absence d’excitation. On obtient alors un spectre qui présente un pic de résonance de forme lorentzienne, qui correspond au bruit thermomécannique en déplacement, superposé à un bruit du système de mesure, supposé constant sur la bande de fréquence étroite que l’on considère. La figure 4.4 montre un exemple de mesure de bruit, sur un cantilever de dimensions $5\ \mu\text{m} \times 18\ \mu\text{m}$ fabriqué avec une couche de nitrure de silicium. Un ajustement des données suivant un modèle lorentzien permet d’extraire la fréquence de résonance $f_{res} = 1.177\ \text{MHz}$, le facteur de qualité $Q = 2200$, et l’amplitude du pic $A_{thermo}^{exp}(f_{res}) = 0.64\ \mu\text{V}/\text{Hz}^{1/2}$.

Le bruit thermomécannique est défini comme un bruit blanc en force appliquée au cantilever. En notant k_B la constante de Boltzmann, T la tempéra-

ture, M_{eff} la masse effective du résonateur, f_{res} sa fréquence de résonance, et Q son facteur de qualité, la densité spectrale de bruit en force correspondante s'exprime de la façon suivante [4] :

$$S_F = \frac{4k_B T M_{eff} 2\pi f_{res}}{Q}$$

Ce bruit en force se traduit par un bruit en déplacement du cantilever, S_D , qui laisse apparaître le pic de résonance. La densité spectrale de bruit en déplacement s'obtient en faisant le produit de la densité spectrale de bruit en force par le carré du module de la fonction de transfert mécanique, H , du résonateur. A la résonance, on obtient :

$$S_{Dres} = |H_{res}|^2 S_F = \frac{2k_B T Q}{\pi K_{eff} f_{res}}$$

avec $K_{eff} = (2\pi f_{res})^2 M_{eff}$ la raideur effective du résonateur.

La densité spectrale de déplacement à la résonance est donc :

$$A_{thermo}(f_{res}) = \sqrt{S_{Dres}} = \sqrt{\frac{2k_B T Q}{\pi K_{eff} f_{res}}} \quad (4.7)$$

Avec le facteur de qualité $Q = 2200$, et la raideur effective du résonateur obtenue à partir du modèle, $K_{eff} = 1.1 \text{ N/m}$, on obtient $A_{thermo}(f_{res}) \approx 2 \text{ pm/Hz}^{1/2}$.

La mise en relation de cette valeur de déplacement calculée avec la valeur de signal électrique mesurée précédemment permet d'obtenir le facteur de calibration du banc : $C = 0.3 \text{ } \mu\text{V/pm}$. On peut alors faire une estimation des amplitudes mesurées lorsqu'il y a une excitation extérieure. Le graphique 4.5 présente un exemple de spectre de résonance en régime forcé, ainsi que le spectre de bruit thermomécanique correspondant qui permet de calibrer l'amplitude de vibration d'un cantilever. Les amplitudes de vibration obtenues sont de l'ordre de quelques nanomètres ce qui vérifie les conditions de linéarité de la détection optique définies précédemment.

Cette calibration n'est valable que pendant un temps relativement court (de l'ordre de quelques minutes), puisque qu'elle est sensible aux fluctuations de l'environnement, notamment à la dérive mécanique du positionnement du *spot* du laser sur le cantilever.

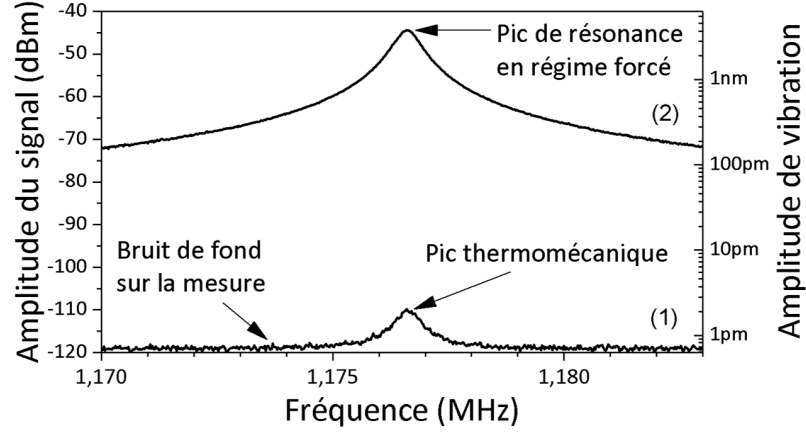


FIGURE 4.5 – Amplitude de vibration du cantilever de la figure 4.4 (1) bruit thermomécanique mesuré avec une largeur de bande de 1 Hz, (2) régime forcé avec $V_{DC} = 2$ V et $V_{AC} = 15$ mV. L’amplitude calculée du bruit thermomécanique donne l’échelle de l’amplitude de vibration (à droite).

4.1.2 Résultats

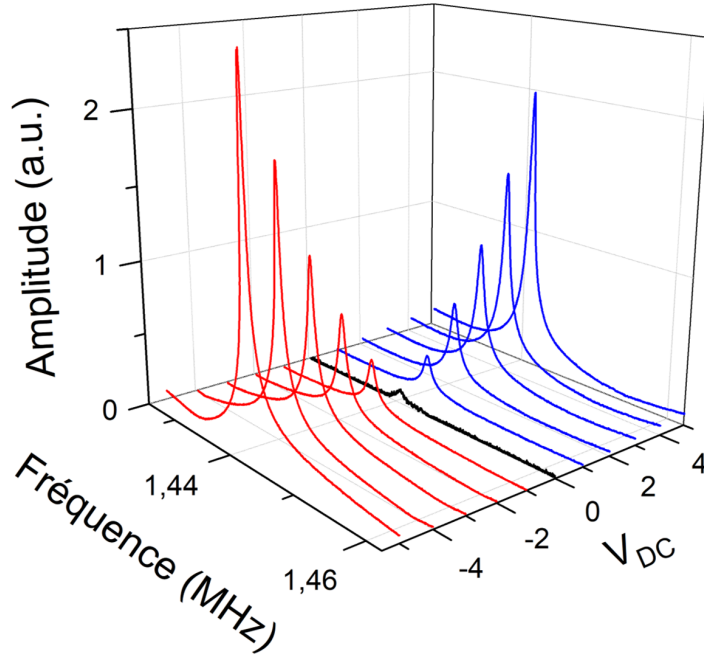
Comparaison au modèle

Les spectres de résonance mécanique obtenus par mesure optique permettent de mettre en évidence un actionnement en flexion des structures. On retrouve les fréquences de résonance mesurées lors de l’actionnement mécanique réalisé pour la caractérisation des structures (*c.f.* paragraphe 3.3.3). Pour vérifier la concordance entre le modèle et les effets observés, on se propose de vérifier la dépendance de l’amplitude de vibration par rapport à V_{DC} telle qu’attendue dans l’équation (4.1) :

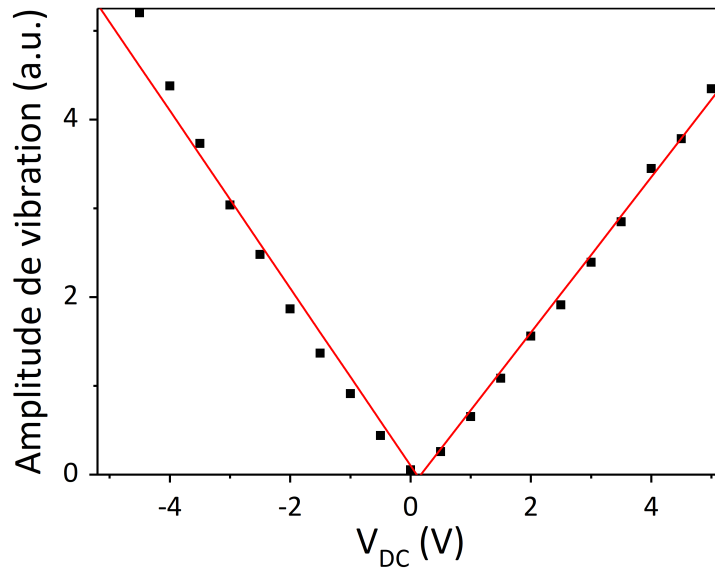
$$A(f_{res}) = 0.68 \frac{Q}{K_{eff}} \frac{ew}{L} \frac{\epsilon_0 \epsilon_d}{t} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} |V_{DC}| V_{AC}$$

Pour cela, une série de spectres de résonance en amplitude est réalisée pour V_{DC} variant de -5 V à $+5$ V. (*cf.* figure 4.6(a)). La figure 4.6(b) met en évidence la dépendance linéaire de l’amplitude des pics en fonction de V_{DC} , ce qui est cohérent avec les résultats attendus. Le modèle étant validé, on utilisera par la suite les valeurs de masse et raideur effectives qui en sont issues pour estimer les efficacités de transduction de l’actionnement diélectrique.

On note tout de même, d’une part, que les pentes sont différentes pour



(a)



(b)

FIGURE 4.6 – Mesures de l’amplitude de vibration d’un cantilever de $5\ \mu\text{m} \times 16\ \mu\text{m}$ actionné avec une couche en nitrure de silicium, pour V_{DC} variant de $-5\ \text{V}$ à $+5\ \text{V}$, et $V_{AC} = 140\ \text{mV}$. (a) Spectres en fonction de V_{DC} . (b) Ajustement linéaire de l’amplitude des pics de résonance en fonction de V_{DC} .

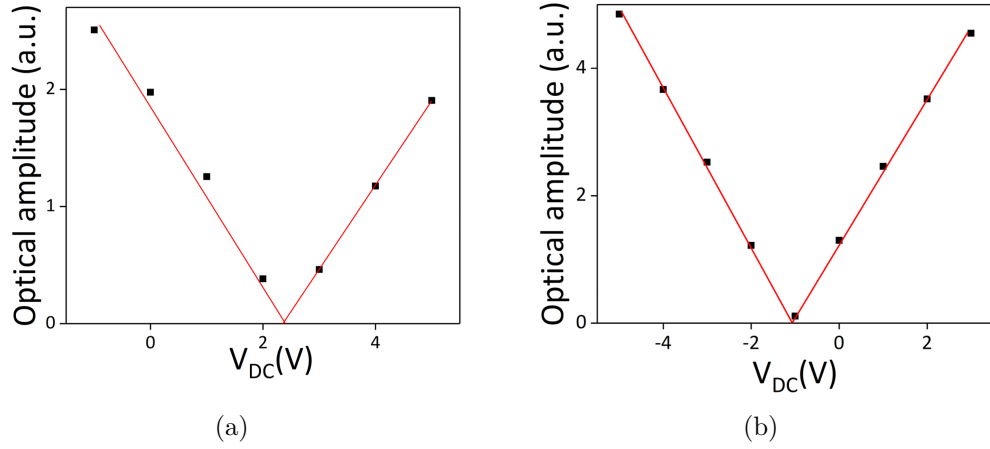


FIGURE 4.7 – Fit linéaire de l’amplitude des pics de résonance en fonction de V_{DC} , mesurés pour des leviers (a) de dimension $5 \mu\text{m} \times 16 \mu\text{m}$ actionné avec une couche en alumine, (b) de dimensions $5 \mu\text{m} \times 14 \mu\text{m}$ actionné avec une couche en oxyde d’hafnium.

les tensions de polarisation positives et négatives, et d’autre part, que l’amplitude de vibration s’annule pour une tension non nulle. Ces asymétries se retrouvent à des degrés divers pour les structures fabriquées avec les trois matériaux étudiés. La figure 4.7 reprend des mesures similaires faites sur des structures actionnées par des couches d’alumine et d’oxyde d’hafnium. Le tableau 4.1 reprend les tensions de décalage ainsi que les rapports des pentes d’amplitude pour les trois structures présentées précédemment.

La tension de décalage peut s’expliquer par la présence de charges piégées dans le diélectrique qui génèrent un potentiel électrique en l’absence de polarisation extérieure. Les asymétries de pente pourraient s’expliquer par le fait qu’en polarisation positive, l’interface entre le silicium dopé et le diélectrique se comporte comme une jonction isolant-semiconducteur en régime de désertion : une zone de charge espace de l’ordre de quelques nanomètres apparaît, et provoque la diminution de la capacité et par conséquent de l’efficacité de transduction. Cette hypothèse est corroborée par le fait que le rapport des pentes est le même quelque soit le matériau diélectrique considéré.

Efficacités de transduction

L’efficacité de transduction expérimentale calculée à partir des amplitude de vibration mesurées permet de comparer les performances de l’actionne-

TABLEAU 4.1 – Tensions de décalage et rapports des pentes d’amplitude pour des structures fabriquées avec les trois diélectriques étudiés.

	SiN _x	Al ₂ O ₃	HfO ₂
Tension de décalage V_0 (V)	0.1	2.4	-1.1
Rapport des pentes	-1.14	-1.16	-1.15

ment diélectrique selon les géométries, matériaux utilisés, et tension de polarisation V_{DC} . Pour calculer cette grandeur à partir des mesures disponibles, on se place à la fréquence de résonance, point remarquable des spectres.

L’efficacité de transduction s’obtient par le rapport entre l’efficacité d’actionnement et le module de la fonction de transfert mécanique de la structure. A la résonance, on a :

$$\chi_d = \frac{\eta}{|H|} = \frac{\eta K_{eff}}{Q} \quad (4.8)$$

η étant l’efficacité d’actionnement expérimentale du résonateur, c’est-à-dire le rapport entre l’amplitude du déplacement mesurée à la résonance $A(f_{res})$ (obtenue grâce à la calibration du banc) et la tension d’actionnement V_{AC} . Donc :

$$\chi_d = \frac{A(f_{res}) K_{eff}}{V_{AC} Q} \quad (4.9)$$

Ces valeurs obtenues expérimentalement peuvent alors être comparées avec les efficacités de transductions théoriques :

$$\chi_d = 0.68 \frac{ew}{Lt} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \epsilon_0 \epsilon_d |V_{DC}| \quad (4.10)$$

avec L w et e respectivement la longueur, la largeur, et l’épaisseur de la poutre.

Différentes efficacités de transduction calculées à partir de mesures calibrées d’amplitude sont rapportées et comparées aux valeurs théoriques sur le graphique 4.8. Les efficacités obtenues sont comparables à celles attendues, avec une différence significative pour l’alumine.

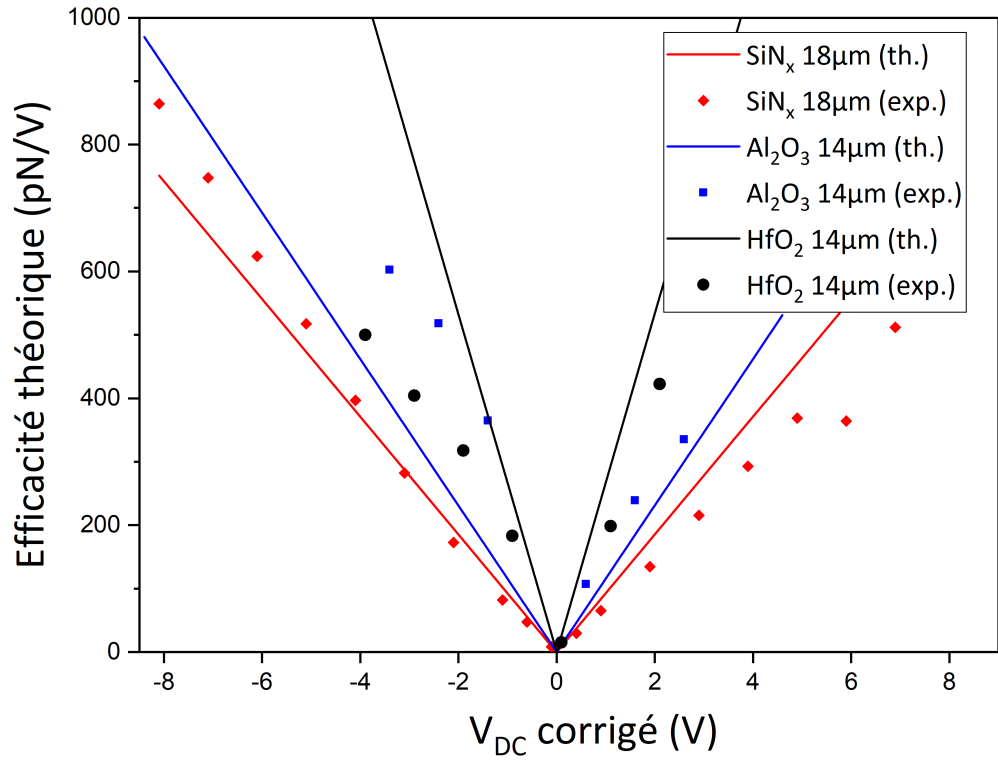


FIGURE 4.8 – Efficacités de transduction théoriques et calculées à partir de mesures calibrées en amplitude pour les trois matériaux en fonction de V_{DC} en tenant compte de la tension de décalage.

4.2 Actionnement et détection simultanés

4.2.1 Détection capacitive de la vibration

Après l'étude de l'actionnement diélectrique à l'aide du banc de mesure électro-optique présenté précédemment (cf paragraphe 4.1.1), le banc est modifié pour intégrer une détection électrique de la vibration en complément ou en substitution à la détection optique. Deux configurations sont proposées : la mesure directe des charges motionnelles, et la mesure par mixage de fréquences.

Modifications du banc de test

Dans le cas de la mesure directe des charges motionnelles, le signal électrique est obtenu en exploitant les variations de capacité de la structure au cours de sa déformation. En effet, à une tension de polarisation donnée, ces variations de capacité induisent une variation de la charge du condensateur formé par les armatures de la couche diélectrique. Ces variations de charge se traduisent par l'apparition d'un courant motionnel à la même fréquence que celle de la vibration mécanique. Un montage différentiel permet d'y avoir accès en compensant la capacité statique du dispositif. Dans cette configuration, un deuxième cantilever, de géométrie proche, mais dont la fréquence de résonance est légèrement différente, est alimenté en opposition de phase par rapport au cantilever étudié. La somme des charges résultantes est mesurée à la fréquence d'excitation à l'aide d'un amplificateur de charge et d'un analyseur de réseau. Le schéma 4.9 présente la nouvelle configuration du banc de mesures.

La charge résultante, q , à l'entrée de l'amplificateur est la somme des contributions du cantilever, q_1 , et de sa référence, q_2 :

$$q = q_1 + q_2 \quad (4.11)$$

En notant C_1 et C_2 les capacités statiques respectives du cantilever et de la référence, c_1 la composante dynamique de la capacité du cantilever, et V_{DC} , V_{AC1} , et V_{AC2} les tensions de polarisation, d'actionnement et de compensation, ces charges s'écrivent de la façon suivante :

$$\begin{cases} q_1 = (C_1 + c_1)(V_{AC1} + V_{DC}) \\ q_2 = C_2 V_{AC2} \end{cases} \quad (4.12)$$

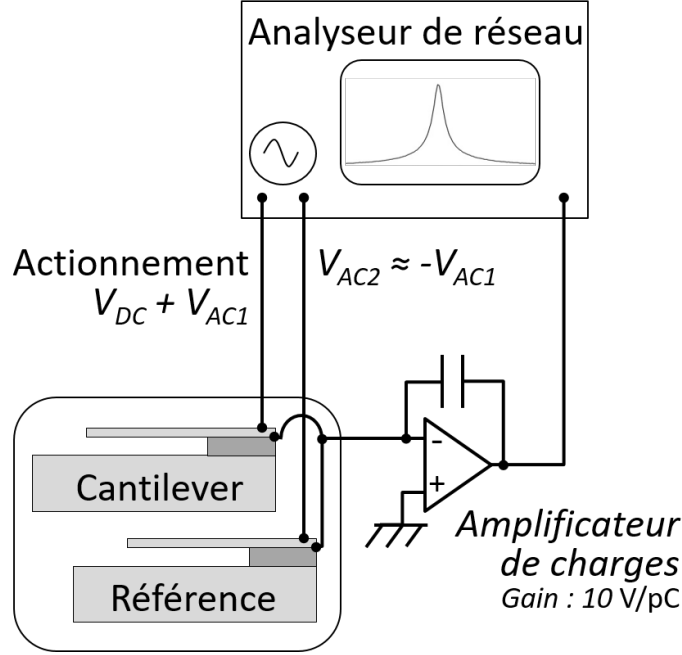


FIGURE 4.9 – Banc de mesure capacitive de la réponse fréquentielle du résonateur fondée sur une configuration différentielle.

En développant :

$$q = C_1 V_{AC1} + C_2 V_{AC2} + C_1 V_{DC} + c_1 V_{AC1} + c_1 V_{DC} \quad (4.13)$$

Le terme $C_1 V_{DC}$ est constant, et le terme $c_1 V_{AC1}$, qui varie au double de la fréquence d'excitation, n'est pas visible car excitation et mesure du signal sont faites à la même fréquence. Pour mesurer le terme $c_1 V_{DC}$ et donc avoir accès à la capacité motionnelle, il suffit donc de minimiser la grandeur $C_1 V_{AC1} + C_2 V_{AC2}$ qui ne dépend pas de la vibration du levier. Pour cela on alimente la référence avec la tension $V_{AC2} = -\frac{C_1}{C_2} V_{AC1}$. En pratique, les deux leviers sont de capacités voisines, et les tensions V_{AC1} et V_{AC2} sont proches, en valeur absolue.

Après avoir équilibré la compensation, la tension en sortie de l'amplificateur de charges, dont le gain est noté G , est :

$$V_{out} = Gq = Gc_1 V_{DC} \quad (4.14)$$

Dans le cas du dispositif expérimental employé, $G = 10 \text{ V/pC}$.

Spectres de résonance obtenus

De la même manière que pour les mesures optiques, on réalise un balayage en fréquence des signaux d'excitation V_{AC1} et V_{AC2} au voisinage du premier mode de résonance en flexion du cantilever, afin de réaliser des spectres de la vibration mécanique. La figure 4.10 montre un exemple de spectre obtenu avec un cantilever de dimensions $5\text{ }\mu\text{m} \times 16\text{ }\mu\text{m}$ dont la couche active est en nitrure de silicium. Les mesures optiques de la résonance du même levier y sont superposées. Comme lors des mesures optiques, l'amplitude (en haut) prend la forme d'une Lorentzienne, et la phase (en bas) présente une rotation de 180° .

On remarque une diminution de la fréquence de résonance Δf_{res} de 240 Hz entre mesures optique et capacitive. Celle-ci peut s'expliquer par la diminution de la température, et donc l'augmentation du module de Young du cantilever lors de l'extinction du laser avant la mesure capacitive. La fréquence de résonance du cantilever étant proportionnelle à la racine du module de Young comme calculé équation (2.40) :

$$f_{res} = \frac{e\lambda_n^2}{4\pi L^2} \sqrt{\frac{E_{Si}}{\rho_{Si}(1 - \nu_{Si}^2)}} \quad (4.15)$$

Au premier ordre, on peut écrire la variation relative du module de Young en fonction de la variation de température :

$$\frac{\Delta E}{E} = \alpha \Delta T \quad (4.16)$$

avec α le coefficient de ramollissement thermique, et ΔT la variation de température du cantilever. La variation relative de fréquence de résonance s'écrit alors :

$$\frac{\Delta f_{res}}{f_{res}} = \frac{\Delta E}{2E} = \frac{\alpha}{2} \Delta T \quad (4.17)$$

On en déduit ΔT :

$$\Delta T = \frac{2}{\alpha} \frac{\Delta f_{res}}{f_{res}} \quad (4.18)$$

Avec un coefficient de ramollissement thermique d'environ $-60\text{ ppm}/^\circ\text{C}$ pour le silicium [5], l'échauffement du cantilever dû au laser correspondrait à environ $6\text{ }^\circ\text{C}$. Ce qui est cohérent, compte tenu de la taille de la puce, et des contacts thermiques entre celle-ci et son support.

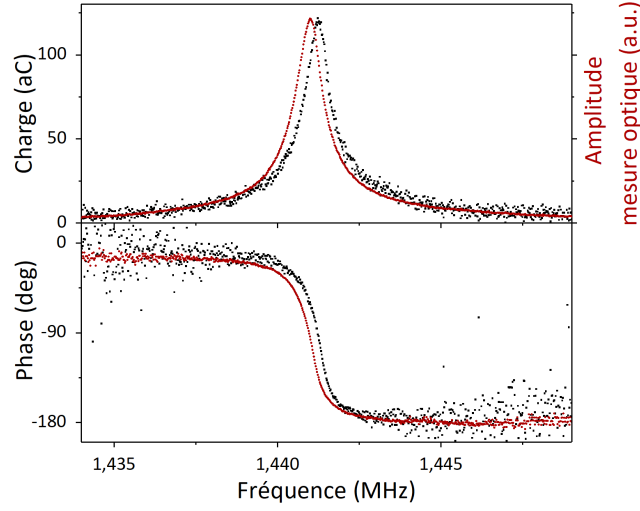


FIGURE 4.10 – Exemple de spectres obtenu en mesures optique (en rouge) et capacitive (en noir), avec une poutre encastrée-libre mesurant $5\text{ }\mu\text{m} \times 16\text{ }\mu\text{m}$ (couche active en nitrure de silicium), actionnée avec $V_{DC} = -5\text{ V}$ et $V_{AC} = 600\text{ mV}$ appliqués à l'électrode supérieure. La fréquence de résonance obtenue est 1.441 MHz , et le facteur de qualité 2200 . Le spectre de charge a été obtenu en moyennant 6 mesures.

4.2.2 Résultats

Comparaison au modèle

Les spectres de résonance obtenus permettent de mettre en évidence la faisabilité d'une détection capacitive simultanée à l'actionnement diélectrique des structures. Fréquences de résonance et coefficients de qualité sont similaires à ceux obtenus en mesure optique de la vibration.

Pour vérifier la concordance entre le modèle et les effets observés, on se propose de vérifier la dépendance de la charge mesurée Q en fonction de V_{DC} telle qu'attendue dans l'équation (2.59) :

$$Q(f_{res}) = \frac{Q}{K_{eff}} \left[0.68 \frac{ew}{Lt} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \epsilon_0 \epsilon_d V_{DC} \right]^2 V_{AC}$$

La figure 4.11(a) représente une série de spectres de résonance en amplitude réalisés avec un dispositif actionné par une couche de nitrure de silicium,

pour V_{DC} variant de -5 V à $+5$ V. Conformément à l'expression (2.59), la dépendance parabolique de l'amplitude des pics de charge en fonction de V_{DC} apparaît clairement figure 4.11(b).

On observe les mêmes asymétries que lors des mesures d'actionnement avec une détection optique : l'amplitude s'annule pour une tension V_{DC} non nulle (0.1 V pour les dispositifs dont la couche active est en nitrure de silicium).

Efficacité de transduction

L'efficacité de transduction expérimentale, calculée à partir de la charge mesurée, permet d'évaluer les performances de l'actionnement et de la détection par rapport à ce qui est attendu. Ici encore, on se place à la fréquence de résonance, point remarquable du spectre.

L'efficacité de la détection diélectrique est définie comme le rapport entre la charge mesurée à la résonance, et l'amplitude du déplacement du cantilever :

$$\chi_d = \frac{\mathcal{Q}(f_{res})}{A_{res}} \quad (4.19)$$

Comme cette efficacité est théoriquement égale à l'efficacité d'actionnement, avec les égalités (4.9) et (4.19), on peut écrire :

$$\chi_d = \sqrt{\frac{\mathcal{Q}(f_{res})K_{eff}}{QV_{AC}}} \quad (4.20)$$

où $\mathcal{Q}(f_{res})$, Q et V_{AC} sont des valeurs expérimentales, et K_{eff} la raideur effective du résonateur, est évaluée par le modèle.

On peut alors comparer cette efficacité de transduction expérimentale avec sa valeur théorique :

$$\chi_d = 0.68 \frac{ew}{Lt} \frac{\nu_d}{1 - \nu_d} \epsilon_0 \epsilon_d V_{DC} \quad (4.21)$$

La figure 4.12 reprend les résultats des estimations des efficacités expérimentale et théorique de détection en fonction de V_{DC} , pour deux cantilevers, l'un actionné avec une couche de nitrure de silicium, l'autre avec une couche d'alumine, de dimensions respectives $5 \mu\text{m} \times 16 \mu\text{m}$ et $5 \mu\text{m} \times 14 \mu\text{m}$.

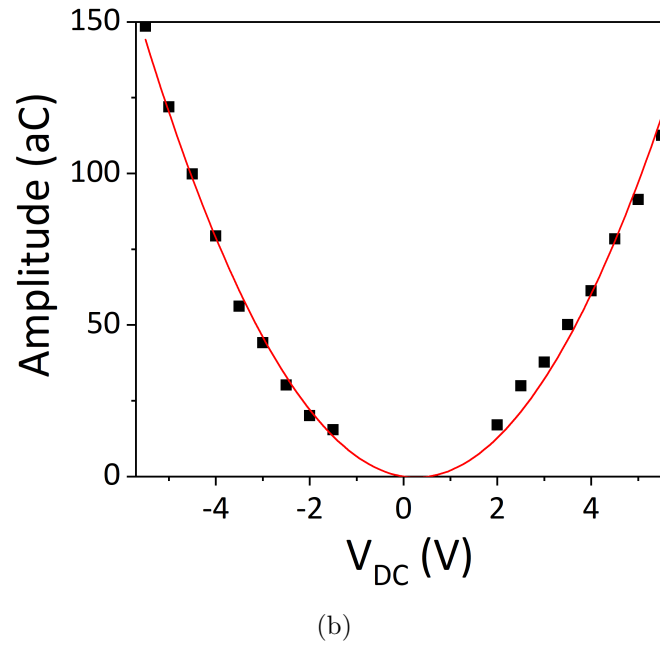
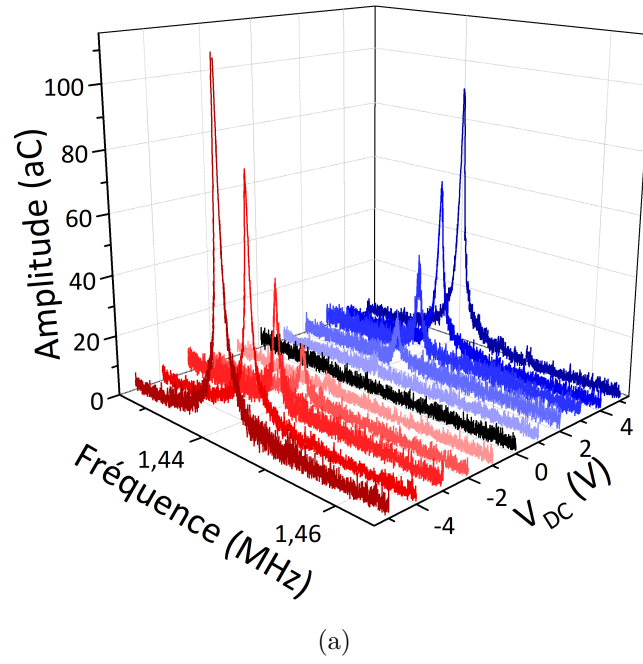


FIGURE 4.11 – Mesures d’amplitude de vibration d’un levier mesurant $5\ \mu\text{m} \times 16\ \mu\text{m}$ actionné avec une couche en nitrure de silicium, pour V_{DC} variant de $-5\ \text{V}$ à $+5\ \text{V}$, et $V_{AC} = 600\ \text{mV}$. (a) Spectres en fonction de V_{DC} . (b) Ajustement parabolique de l’amplitude des pics de résonance. Les valeurs d’amplitude de charge ont été obtenues en moyennant 6 mesures.

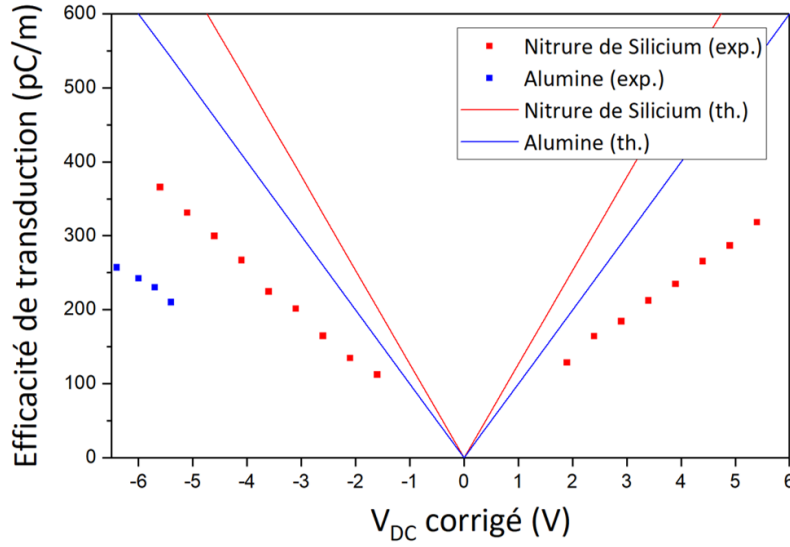


FIGURE 4.12 – Efficacités de transduction théorique et expérimentale de quelques dispositifs en fonction de V_{DC} corrigé. En rouge, celle d’un cantilever de dimensions $5 \mu\text{m} \times 16 \mu\text{m}$ actionné par une couche de nitrure de silicium. En bleu, celle d’un cantilever de dimensions $5 \mu\text{m} \times 14 \mu\text{m}$ actionné par une couche d’alumine.

4.3 Vers une application capteur

Pour évaluer le potentiel des dispositifs fabriqués pour la détection de masse, il paraît primordial d’en estimer quelques caractéristiques métrologiques, comme leurs sensibilité, stabilité, et résolution.

4.3.1 Sensibilité

La sensibilité, c’est-à-dire le rapport entre une variation de fréquence de résonance du cantilever, et la variation de masse correspondante, est donnée par l’équation (1.5) :

$$\mathcal{S} = \frac{\delta f_{res}}{\delta M_0} = -\frac{f_{res}}{8M_{eff}}$$

Par exemple, pour un des cantilevers étudiés ici, de dimension $5 \mu\text{m} \times 16 \mu\text{m}$ dont la fréquence de résonance mécanique est 1.44 MHz, cette grandeur s’élève à environ 13 Hz/fg.

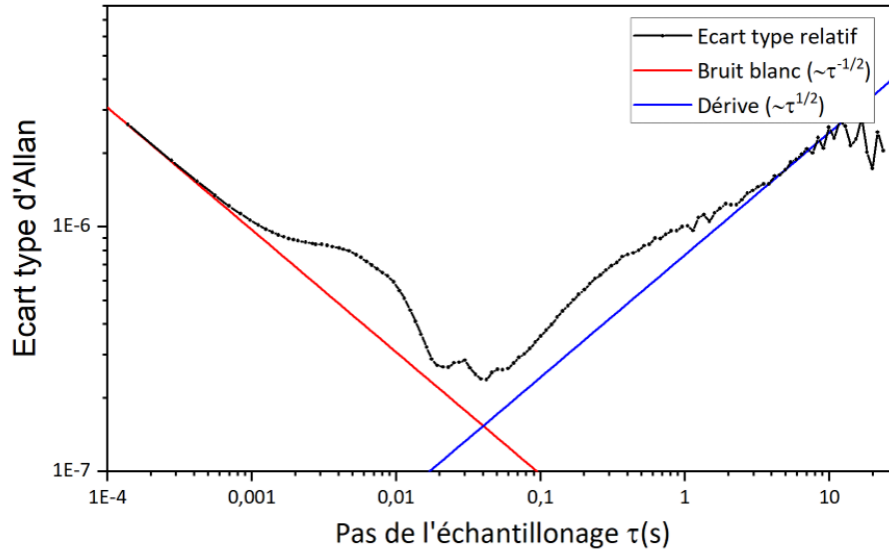


FIGURE 4.13 – Écart type de la variance d'Allan de la fréquence de résonance relative à la moyenne en fonction du temps d'intégration lors d'une détection optique.

4.3.2 Stabilité de la mesure

Pour estimer expérimentalement la stabilité des dispositifs, des variance d'Allan relatives de la fréquence de résonance ont été calculées et comparées en détection optique et capacitive. Pour relever la fréquence de résonance du cantilever au cours du temps, on se place à la fréquence de rotation de phase, et on mesure les variations de la phase. La pente de la phase, accessible par un spectre, permet alors de remonter aux variations de fréquence.

Les mesures ont été réalisées sous vide, sur un cantilever actionné avec du nitrure de silicium, de dimensions $5\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$, compensé avec un cantilever de $5\text{ }\mu\text{m} \times 18\text{ }\mu\text{m}$. Pour la détection capacitive, on a excité le cantilever avec $V_{DC} = -4\text{ V}$ et $V_{AC} = 400\text{ mV}$. Pour la détection optique, pour éviter les non linéarités, on a utilisé $V_{DC} = -4\text{ V}$ $V_{AC} = 20\text{ mV}$. Les résultats obtenus sont présentés figures 4.13 et 4.14. On remarque que le rapport signal sur bruit étant beaucoup plus important pour la mesure optique, l'écart type d'Allan minimum dans ce cas-ci est presque deux ordres de grandeur inférieur à l'écart type dans le cas d'une mesure capacitive.

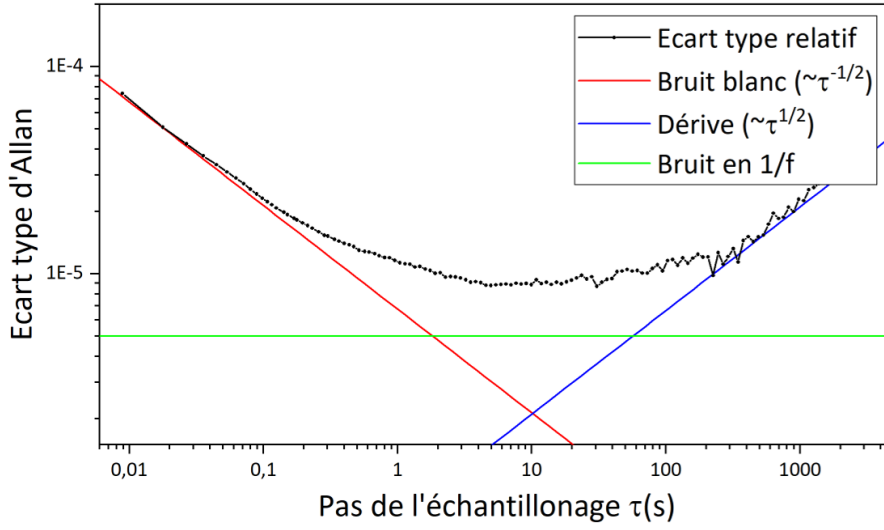


FIGURE 4.14 – Écart type de la variance d'Allan de la fréquence de résonance relative à la moyenne en fonction du temps d'intégration lors d'une détection capacitive.

4.3.3 Résolution - limite de détection

Les valeurs de variance d'Allan calculées précédemment permettent d'avoir une estimation de la résolution, c'est-à-dire la plus petite variation de masse mesurable. Pour cela, on utilise la relation (1.7) :

$$\mathcal{R} = \frac{3\sigma_{f_{res}}(\tau)}{|\mathcal{S}|} = \frac{24M_{eff}\sigma_{f_{res}}(\tau)}{f_{res}}$$

Aux temps d'intégration courts, le bruit de la mesure est dominé par le bruit blanc. On peut donc aussi estimer la résolution à partir du rapport signal sur bruit avec la relation (1.8) :

$$\mathcal{R} = \frac{1}{|\mathcal{S}|} \frac{\sqrt{2}}{\pi Q} \frac{1}{SNR}$$

Pour le cantilever considéré ($M_{eff} = 17.7$ pg), en mesure capacitive, et pour un temps d'intégration optimal de 10 secondes ($\sigma_{f_{res}}(\tau)/f_{res} = 9 \cdot 10^{-6}$), on aurait une résolution égale à 3.8 fg. Ce qui correspond à un nombre de l'ordre d'une quinzaine de milliers de protéines de masse molaire

150000 g/mol ou encore de l'ordre de quelques dizaines de milliers de micro-ARN (Acide RiboNucléique).

Toutefois, on notera que le dispositif expérimental utilisé ici ne permet pas de mesure simultanée à la mise en présence d'espèces cibles. La nécessité d'ouvrir la chambre et de faire une mesure avant/après dépôt force à se placer en dehors des temps caractéristiques optimaux, augmentant ainsi la limite de détection du capteur. De plus, la détection optique est à exclure en raison de l'échauffement local provoqué par le laser qui influe sur la fréquence de résonance et de l'impossibilité de replacer le faisceau précisément sur la surface après un dépôt.

4.4 Une perspective de mesure : la technique de mixage de fréquences

Dans le montage présenté figure 4.9 et utilisé pour tous les résultats précédents, un cantilever de référence est nécessaire. Pour éviter le couplage direct entre les signaux d'actionnement et de détection, et s'affranchir ainsi de la nécessité de faire une mesure différentielle, on se propose d'utiliser une technique de mixage de fréquence. Celle-ci consiste à transposer le signal motionnel à une fréquence différente de la fréquence de résonance grâce à une modulation. Initialement, cette technique a été proposée pour éviter les problèmes d'atténuation du signal aux hautes fréquences en détection piézorésistive [6].

Le schéma 4.15 présente les modifications apportées au banc pour réaliser simultanément l'actionnement et la détection en mixage de fréquences. On applique au dispositif la superposition des tensions V_{DC} , V_{AC1} , de fréquence f_1 , au voisinage de la fréquence de résonance, et V_{AC2} , à une fréquence f_2 différente de f_1 : l'écart entre les deux est noté $\Delta f = f_1 - f_2$.

f_2 est choisie en dehors de la résonance mécanique du cantilever. L'actionnement reste donc inchangé, et la composante dynamique de la capacité du cantilever, c (notée c_1 dans la partie 4.2.1), reste la même : elle varie à la fréquence de résonance.

En notant C , la capacité statique du cantilever, la charge à l'entrée de l'amplificateur s'écrit donc :

$$q = (C + c)(V_{DC} + V_{AC1} + V_{AC2}) \quad (4.22)$$

4.4. Une perspective de mesure :
la technique de mixage de fréquences

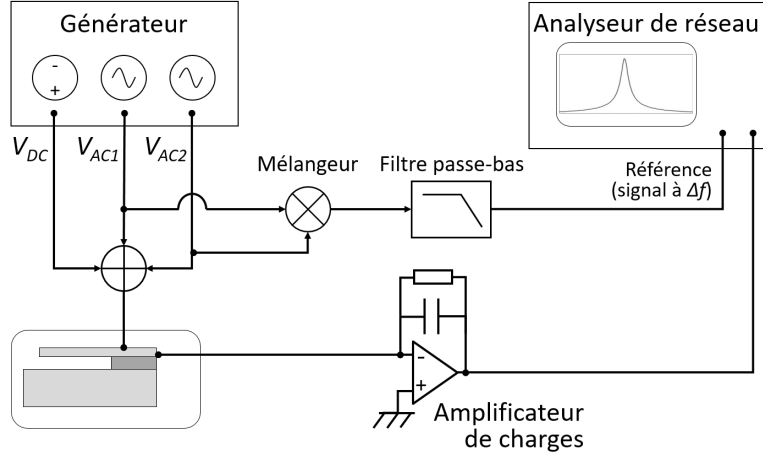


FIGURE 4.15 – Banc de mesure capacitive de la réponse fréquentielle du résonateur en mixage de fréquence. Les tensions V_{DC} , V_{AC1} , et V_{AC2} sont respectivement continue, alternative à la fréquence f_1 , voisine de la fréquence de résonance mécanique du cantilever, et alternative à une autre fréquence f_2 . A la sortie du résonateur, des signaux se superposent aux fréquences constante, f_1 , $2f_1$, f_2 , $f_1 + f_2$, et Δf . L'amplificateur de charges fait office de filtre, et la mesure se fait à la fréquence Δf .

En développant :

$$q = CV_{DC} + cV_{DC} + CV_{AC1} + CV_{AC2} + cV_{AC1} + cV_{AC2} \quad (4.23)$$

- le terme CV_{DC} est constant ;
- cV_{DC} , la composante mesurée avec le montage précédent, est à la fréquence de résonance ;
- CV_{AC1} correspond au signal responsable du couplage direct à la fréquence de résonance ;
- CV_{AC2} est à la fréquence f_2 ;
- cV_{AC1} est la somme d'une composante constante, et d'une composante qui varie au double de la fréquence de résonance
 $(\cos(2\pi f_1 t) \cos(2\pi f_1 t + \phi) = \cos(4\pi f_1 t + \phi) + \cos(\phi))$;
- enfin, cV_{AC2} comporte une composante à la fréquence somme de celles de V_{AC1} et V_{AC2} , et une composante à la fréquence Δf
 $(\cos(2\pi f_1 t) \cos(2\pi f_2 t + \phi) = \cos(2\pi(f_1 + f_2)t + \phi) + \cos(2\pi\Delta f t - \phi))$.

Lorsque f_1 est à la fréquence de résonance du dispositif, un filtrage de q

à la fréquence Δf , permet de mesurer la charge suivante :

$$q(\Delta\omega) = \frac{1}{2} \frac{Q}{K_{eff}} \frac{\nu_d}{(1 - \nu_d)^2} \left[0.68 \frac{ew}{Lh} \varepsilon_0 \varepsilon_d \right]^2 V_{DC} V_1 V_2 \quad (4.24)$$

avec V_1 et V_2 les amplitudes respectives de V_{AC1} et V_{AC2} .

En fait, V_{AC1} serait balayée au voisinage de la résonance. On choisira Δf assez petit pour faciliter le filtrage et la mesure, mais suffisant pour que V_{AC2} reste en dehors du pic de résonance.

Pour une tension V_2 d'amplitude comparable à V_{DC} , la quantité de charge détectée est moitié moindre que celle obtenue avec le montage différentiel (expression (2.59)), mais cette réduction des charges s'accompagne aussi de certains avantages. La mesure se fait à la fréquence fixe Δf : il n'y a pas d'autres signaux que le signal utile à cette fréquence. L'absence de couplage direct permet de faire les mesures sans cantilever de référence. L'absence de couplage parasite, et la possibilité de choisir Δf permettent d'optimiser le montage de détection de charges pour filtrer étroitement le signal à une fréquence plus basse que la résonance.

Bibliographie

- [1] D. W. Carr, S. Evoy, L. Sekaric, H. G. Craighead, and J. M. Parpia. Measurement of mechanical resonance and losses in nanometer scale silicon wires. *Applied Physics Letters*, 75(7) :920–922, 1999.
- [2] G. Reibmann. Optique ondulatoire : Chapitre IV Résonateurs Optiques Pérot-Fabry Lasers. 2006.
- [3] R. B. Karabalin, M. H. Matheny, X. L. Feng, E. DefaÃ, G. Le Rhun, S. Hentz C. Marcoux, P. Andreucci, and M. L. Roukes. Piezoelectric nanoelectromechanical resonators based on aluminum nitride thin films. *Applied physics letters*, 95(10), 2009.
- [4] S. Schmid, L. G. Villanueva, and M. L. Roukes. *Fundamentals of Nanomechanical Resonators*. Springer International Publishing, 2016.
- [5] M. A. Hopcroft, W. D. Nix, and T. W. Kenny. What is the young’s modulus of silicon ? *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19(2) :229–238, 2010.
- [6] I. Bargatin, E. B. Myers, J. Arlett, B. Gudlewski, and M. L. Roukes. Sensitive detection of nanomechanical motion using piezoresistive signal downmixing. *Applied Physics Letters*, 86(13) :133109, 2005.

Conclusion et perspectives

L'adaptation des technologies MEMS et NEMS à la détection biochimique est envisagée comme une alternative sans marquage aux technologies existantes de détection d'analytes chimiques et biologiques. La sensibilité et la résolution sont des critères clés de performance de ces capteurs gravimétriques. Leur résolution est exacerbée par la réduction en taille, qui permet à la fois de diminuer leur masse effective et d'augmenter leur fréquence de résonance. Un des principaux enjeux au développement de tels capteurs miniaturisés provient donc de la capacité à réaliser des moyens de transduction électromécanique - actionnement et détection électriques du mouvement mécanique - robustes et intégrés.

Ces travaux de thèse présentent l'étude de la transduction diélectrique appliquée à la mise en vibration de microleviers et son intégration dans le cadre d'un procédé de fabrication collective sur silicium. L'efficacité de ce moyen de transduction est fortement liée à l'épaisseur et à la permittivité de la couche diélectrique employée et tire avantageusement partie de l'utilisation de matériaux à haute permittivité, dits « High-K », en films d'épaisseur nanométrique. Trois matériaux diélectriques ont été étudiés : le nitrure de silicium faiblement contraint, l'alumine et l'oxyde d'hafnium. Ils ont été intégrés comme couche d'actionnement sur des microleviers de silicium. Les résultats obtenus démontrent la capacité d'actionnement des microstructures en utilisant ces couches diélectriques mais également la possibilité d'effectuer simultanément actionnement et détection électrique sur un seul et même transducteur. Une perspective d'amélioration de ces dispositifs réside dans l'amélioration de la qualité des films minces employés, en particulier l'oxyde d'hafnium qui présente des défauts sources de courants de fuites. Une autre piste serait l'exploitation de matériaux aux constantes diélectriques plus éle-

vées, mais cette possibilité sera toutefois limitée par la réduction de la largeur de bande interdite qui est source de courants de fuite et de tensions de claquage réduites préjudiciables au bon fonctionnement de la détection capacitive [1].

D'autres enjeux liés à la détection chimique par NEMS n'ont pas été abordés dans ces travaux, mais sont cependant primordiaux.

Tout d'abord le fait que la réduction en taille, favorable à l'augmentation de la sensibilité, réduit les probabilités de contact avec l'analyte, et augmente donc les temps de réponse. Par exemple, pour une concentration de 1 fM en diffusion statique autour d'une surface sensible hémisphérique de 10 μm de rayon, le temps de réponse approche de l'heure [2]. Cet effet est d'autant plus marqué qu'une fonctionnalisation de la surface entière du système crée une déplétion de l'analyte. Pour augmenter les flux d'analytes vers la surface sensible, différentes stratégies sont envisageables : tout d'abord, ne fonctionnaliser que la surface active [3] ensuite, utiliser un réseau de capteurs [4], qui permettra d'augmenter la surface utile en gardant les avantages des petites dimensions (nécessite de faire de la fabrication intégrée à grande échelle, tout à fait envisageable avec des mems à transduction diélectrique). Ou encore, on peut utiliser la microfluidique par exemple pour confiner les analytes au voisinage du capteur avec l'écoulement laminaire d'un autre fluide. [5]. Dans tous les cas, il faudra trouver un compromis entre le temps de réponse, lié à la taille de la surface du capteur, et l'augmentation de la sensibilité, liée à sa masse.

Enfin, dans le cadre de cette thèse, les cantilevers étudiés l'étaient dans un environnement à basse pression, mais les applications visées en bio-chimie rendent nécessaire les utilisations de liquides. Les environnements fluides sont sources de dissipations importantes et affectent significativement la réponse mécanique des cantilevers en diminuant drastiquement leurs facteurs de qualité [6]. Pour maintenir les performances du capteur, le facteur de qualité peut-être amélioré par différentes stratégies comme l'excitation du cantilever à travers une boucle rétroactive pour stabiliser les oscillations à la fréquence de résonance [7], ou l'utilisation des modes de résonance plus élevés [8]. Une autre stratégie consiste à intégrer un canal microfluidique directement dans le cantilever qui reste actionné sous vide [9]. Cette stratégie paraît être la plus performante, et pourrait être avantageusement combinée avec l'utilisation d'un réseau de capteurs.

Bibliographie

- [1] J. Robertson and R. M. Wallace. High-k materials and metal gates for cmos applications. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 88 :1–41, 2014.
- [2] P. E. Sheehan and L. J. Whitman. Detection limits for nanoscale biosensors. *Nano Letters*, 5(4) :803–807, 2005. PMID : 15826132.
- [3] M. A. Lifson, D. B. Roy, and B. L. Miller. Enhancing the detection limit of nanoscale biosensors via topographically selective functionalization. *Analytical chemistry*, 86(2) :1016–1022, 2014.
- [4] I. Bargatin, E. B. Myers, J. S. Aldridge, C. Marcoux, P. Brianceau, L. Duraffourg, E. Colinet, S. Hentz, P. Andreucci, and M. L. Roukes. Large-scale integration of nanoelectromechanical systems for gas sensing applications. *Nano Letters*, 12(3) :1269–1274, 2012. PMID : 22280452.
- [5] O. Hofmann, G. Voirin, P. Niedermann, and A. Manz. Three-dimensional microfluidic confinement for efficient sample delivery to biosensor surfaces. application to immunoassays on planar optical waveguides. *Analytical chemistry*, 74(20) :5243–5250, 2002.
- [6] K. L. Ekinici, Y. T. Yang, and M. L. Roukes. Ultimate limits to inertial mass sensing based upon nanoelectromechanical systems. *Journal of Applied Physics*, 95(5) :2682–2689, 2004.
- [7] A. Vidic, D. Then, and Ch. Ziegler. A new cantilever system for gas and liquid sensing. *Ultramicroscopy*, 97(1) :407 – 416, 2003. Proceedings of the Fourth International Conference on Scanning Probe Microscopy, Sensors and Nanostructures.
- [8] M. K. Ghatkesar, T. Braun, V. Barwich, J.-P. Ramseyer, C. Gerber, M. Hegner, and H. P. Lang. Resonating modes of vibrating microcantilevers in liquid. *Applied Physics Letters*, 92(4) :043106, 2008.
- [9] J. Lee, W. Shen, K. Payer, T. P. Burg, and S. R. Manalis. Toward attogram mass measurements in solution with suspended nanochannel resonators. *Nano Letters*, 10(7) :2537–2542, 2010. PMID : 20527897.